ИЗВЕСТИЯ
АКАДЕМИИ НАУК СССР

СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ

Т. XXIII № 4

1959

ИЗДАТЕЛЬСТВО АКАДЕМИИ НАУК СССР
МОСКВА

1959 МАЙ 14

Т. XXIII 1959 № 4

АПРЕЛЬ

РЕДАКЦИОННАЯ КОЛЛЕГИЯ

Чл.-корр. АН СССР **Б. С. Джелепов** (главный редактор),
д-р физ.-мат. наук **П. А. Бажулин** (зам. главного редактора),
канд. физ.-мат. наук **Ю. В. Хольнов** (зам. главного редактора)

Председатель Оргкомитета II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии академик **А. А. Лебедев**

Материалы II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии под общей редакцией д-ра физ.-мат. наук **Г. В. Спивака**, канд. физ.-мат. наук **В. И. Милютина**, канд. техн. наук **Н. Г. Сушкина**

Технический редактор *Е. К. Барташевич*

Адрес редакции: Москва, Б—64, Подсосенский пер., 21, Издательство АН СССР

Т-05209 Подписано к печати 14/IV 1959 г. Тираж 3000 экз. Зак. 1446
Формат бумаги 70×108¹/₁₆. Бум. л. 3,5 Печ. л. 9,59+4 вкл. Уч.-изд. л. 10,0

2-я типография Издательства Академии наук СССР. Москва, Шубинский пер., д. 10

Материалы II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии

(Москва, 9—13 мая 1958 г.)

В настоящем номере и в № 6 журнала публикуются работы, доложенные на секциях приборостроения, физики и методики электронномикроскопического исследования II Всесоюзного совещания по электронной микроскопии, созванного Отделением физико-математических наук АН СССР и Секцией электронной микроскопии Общества им. А. С. Попова

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. Н. ВЕРЦНЕР

ОСНОВНЫЕ ТЕНДЕНЦИИ В СОВРЕМЕННОМ ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПОСТРОЕНИИ

МИКРОСКОПЫ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ В ПРОХОДЯЩИХ ЭЛЕКТРОННЫХ ЛУЧАХ

За последнее десятилетие происходило быстрое и плодотворное развитие электронной микроскопии. Этому в большой мере способствовала интенсивная разработка и промышленный выпуск электронных микроскопов разных типов.

Исходя из схемы действия, целесообразно разделить современные электронные микроскопы на: 1) микроскопы для исследования в проходящих электронных лучах, 2) микроскопы для исследования в отраженных лучах, 3) теневые микроскопы, 4) микроскопы с разверткой изображения, или растр-микроскопы, и 5) микроскопы для исследования самосветящихся объектов — эмиссионные микроскопы.

К электронным микроскопам примыкает группа родственных приборов, появление и развитие которых были стимулированы электронной микроскопией. К ним могут быть отнесены приборы для микроанализа по электронным и рентгеновским спектрам, рентгеновские микроскопы, электронографы высокого разрешения и дисперсии и т. д.

До сих пор лишь электронные микроскопы для исследования в проходящих лучах изготовляются промышленностью и используются широко для исследовательской работы. Остальные виды электронных микроскопов все еще изготовляются в виде одиночных лабораторных приборов. Однако в ряде промышленных приборов предусматривается дополнительно возможность проведения исследований в отраженных лучах, исследования металлов и термокатодов по электронной эмиссии, а также получение теневых электронных и рентгеновских изображений.

Сейчас в промышленное производство электронных микроскопов включается в разных странах все большее число фирм. Многие из них выпускают по нескольку типов приборов, и, естественно, ощущается настоятельная необходимость в проведении классификации. Проводившееся до сих пор разделение приборов по виду используемой в них оптики на магнитные и электростатические, по их размерам — на малогабаритные и, очевидно, «габаритные», на универсальные и неуниверсальные приборы является в большой мере случайным и не отражающим существа дела.

По нашим представлениям, при классификации следует исходить из основной характеристики всякого электронного микроскопа — его разрешающей способности. Выпускаемые в настоящее время электронные микроскопы по своей разрешающей способности могут быть разделены на три класса: I класс — приборы предельного разрешения: 15—10 Å, II класс — приборы высокого разрешения: 30—20 Å и III класс — приборы малого разрешения: 60—40 Å и ниже.

Наибольшее распространение получили приборы II класса с разрешающей способностью 20—30 Å. На приборах предельного разрешения уже сейчас достигается в отдельных случаях разрешающая способность 7—8 Å.

В соответствии с классификацией в табл. 1 приводятся основные оптические и электрические характеристики современных зарубежных и

Таблица 1

Основные характеристики современных электронных микроскопов

Тип микроскопа	Фирма	Страна	Разрешающая способность, Å	Увеличение	Ускоряющее напряжение, kV
Приборы малого разрешения — III класса					
НМ-3 (с постоянными магнитами)	Хитачи	Япония	80	От 1500 до 5000	40
JEM-T1	Электрон Оптикс Лаборатори	Япония	50	2500, 3500, 5000	50
Массовый (электростатический)	Цейсс	ФРГ	50—60	700, 1200, 4000, 10 000	70
EM-75B	Филипс	Голландия	50	От 1200 до 12 000	От 10 до 75
SM-C3	Шимадзу Сайсакушо	Япония	40	От 500 до 10 000	50
ЭМ-3	Оптико-механич. промышл.	СССР	60	От 250 до 25 000	30, 40, 50
УЭМ-100	МРТП	СССР	50	От 200 до 40 000	40, 60, 80, 100
Приборы высокого разрешения — II класса					
HS-6 (с постоянными магнитами)	Хитачи	Япония	25	От 2000 до 20 000	50
EMU-3A	Радио Корпорейшен	США	20	От 1400 до 30 000	50, 100
JEM-T4	Электрон Оптикс Лаборатори	Япония	25	От 2000 до 20 000	50
EM-100B	Филипс	Голландия	15—20	От 600 до 90 000	От 40 до 100
Эльмископ-II	Сименс	ФРГ	25	От 750 до 15 000	40, 50, 60
TRS-50E1	Акаши	Япония	20	От 600 до 30 000	50
SMU-80	Шимадзу Сайсакушо	Япония	20	До 50 000	80
Эльми-2D (электростатический)	Цейсс	ГДР	25—30	800, 2000, 3000, 6000, 8000, 12 000	50
ЭМ-5	Оптико-механическая промышленность	СССР	20	От 1000 до 100 000	40, 50, 60
Приборы предельного разрешения — I класса					
JEM-5	Электрон Оптикс Лаборатори	Япония	10	От 800 до 100 000	50, 80, 100
HU-10	Хитачи	Япония	10	До 100 000	50, 75, 100
EM-6	Метровикерс	Англия	15	От 1000 до 100 000	50, 75, 100
Эльмископ-I	Сименс	ФРГ	10	От 500 до 160 000	40, 60, 80, 100
УЭМБ-100	МРТП	СССР	15	До 160 000	50, 75, 100

отечественных электронных микроскопов промышленного производства (отечественные микроскопы ЭМ-5 и УЭМБ-100 подготавливаются промышленностью к серийному производству).

Большинство электронных микроскопов имеет магнитную оптику, причем в приборах НМ-3 и HS-6 фирмы Хитачи применяется фокусировка при помощи постоянных магнитов. Электростатическая оптика используется в обоих приборах фирмы Цейсс и в микроскопе фирмы Фарранд Оптикаль К°. Один электростатический объектив (при остальных магнитных линзах) имеет прибор фирмы Трюб-Таубер (Швейцария). Разрешающая способность приборов с электростатической оптикой до сих пор еще несколько ниже, чем у магнитных приборов.

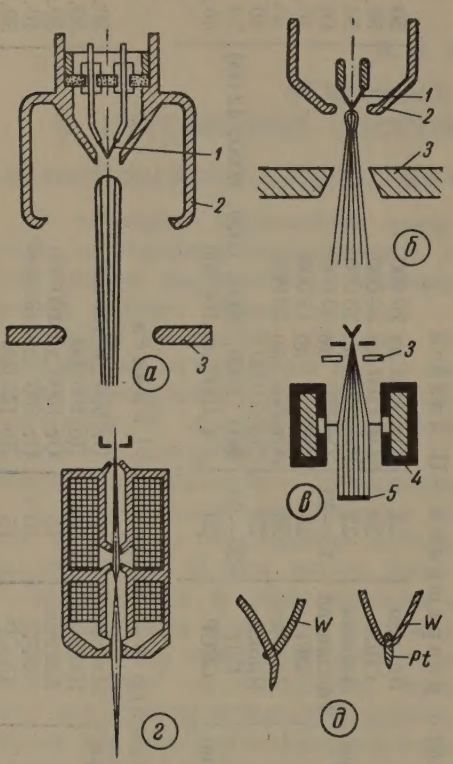


Рис. 1. Различные схемы осветительных систем электронных микроскопов: *а* — длиннофокусная электронная пушка, *б* — короткофокусная электронная пушка, *в* — короткофокусная пушка с конденсорной линзой, *г* — двойной конденсор, *д* — катоды в виде острия; *1* — катод, *2* — фокусирующий электрод, *3* — анод, *4* — конденсор, *5* — объект

Параллельно с делением приборов по разрешающей способности происходит естественное разделение электронных микроскопов и по степени сложности конструкции.

Осветительная система микроскопов малого и высокого разрешения состоит либо из длиннофокусной электронной пушки (электростатические микроскопы и TRS-50E1), либо из короткофокусной пушки (микроскопы JEM-T1, Эльмископ-II), либо, наконец, из сочетания короткофокусной пушки и электромагнитной конденсорной линзы (большинство микроскопов высокого разрешения). В электронных микроскопах предельного разрешения применяется двойной конденсор, так называемый конденсор тонкого луча, позволяющий довести освещаемый участок объекта до 2—4 μ. В последнее время в качестве эмитера начинают применять термокатоды, имеющие форму острия, которое в микроскопе TRS-50E1 покрывают оксидом (рис. 1).

В упрощенных приборах (JEM-T1, EM-75B и Эльмископ-II) увеличивающая система состоит из объектива и проектива (рис. 2). В остальных микроскопах в качестве обязательного элемента дополнительно вводится промежуточная линза, с введением которой существенно расширились возможности электронных микроскопов; при помощи ее можно, при сокращенной длине прибора, значительно расширить диапазон увеличения, изменяемого непрерывно, иметь неизменное поле изображения во весь конечный экран и проводить электронную микродифракцию от известных локальных участков объекта (рис. 3). В ряде микроскопов введены еще дополнительные линзы, используемые при обычных электронографических исследованиях. Новым является введение второго, компенсационного объектива в японском микроскопе JEM-5. Общее число линз в отдельных микроскопах доходит до восьми.

Увеличение разрешающей способности приборов, имевшее место в последнее десятилетие, во многом следует отнести за счет применения

в микроскопах высоких разрешений стигматорных устройств для компенсации астигматизма, в первую очередь объективов микроскопов. Обычно применяют стигматоры электрические или магнитные, допускающие регулировку во время работы микроскопа. Появления астигматизма нельзя избежать только одним повышением точности изготовления полюсных наконечников, так как даже при уменьшении эллиптичности внутреннего канала до 0,1—0,2 μ обычно сохраняется заметный астигматизм, обусловленный неоднородностью материала наконечников и воздействием на проходящий пучок зарядов и другими причинами.

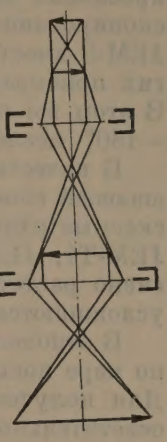


Рис. 2. Оптическая схема упрощенных электронных микроскопов

В последнее время стигматоры начинают использовать и в других линзах электронных микроскопов — в конденсорах узкого пучка, промежуточных линзах и т. д.

Для приборов малого разрешения характерны сравнительно небольшие увеличения, не свыше 10 000—12 000. Увеличения при этом обычно изменяются ступенями. В приборах высокого разрешения увеличение может меняться непрерывно от увеличений светооптических микроскопов (500—1000) до увеличений 10 000—30 000 для разных приборов, а в приборе Филипса ЕМ-100В и в нашем ЭМ-5 до 90 000. У приборов предельного разрешения увеличения достигают 100 000, а в приборе Эльмископ-I и УЭМБ-100 — 160 000. Для лучшего наблюдения конечного изображения и облегчения фокусировки все приборы снабжаются бинокулярными световыми микроскопами малого увеличения.

Во всех промышленных микроскопах можно проводить исследования на прохождение в светлом и темном полях и осуществлять стереоскопическую съемку (обычно со стереоуглами 8—10° и до 20° в микроскопе

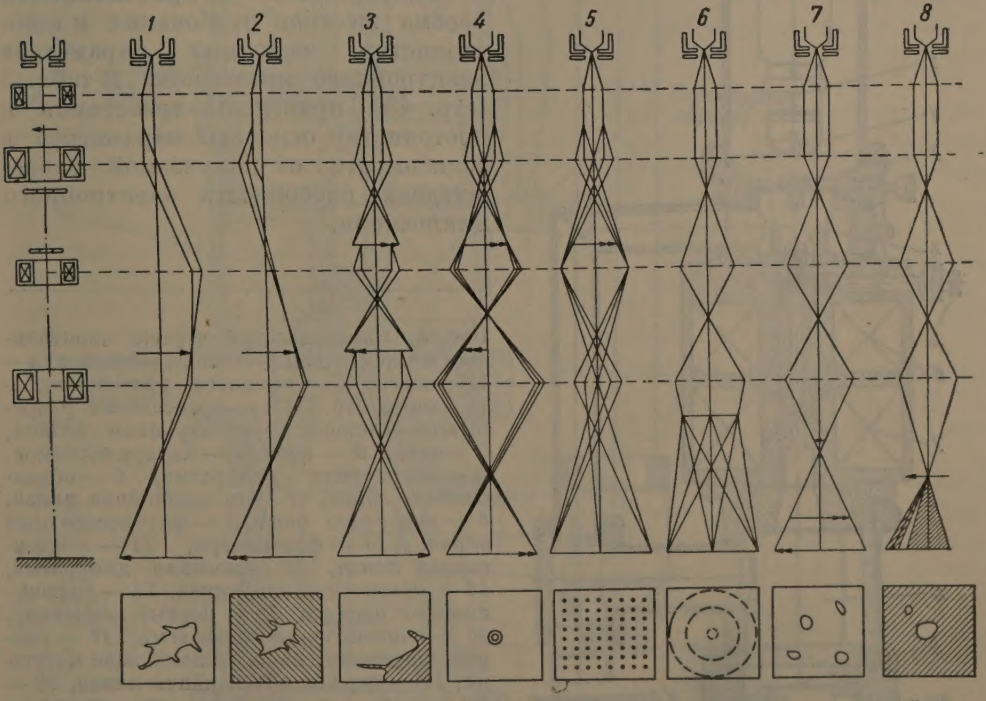


Рис. 3. Возможные исследования в электронном микроскопе с промежуточной линзой: *1* — малые увеличения, *2* — темнопольное исследование, *3* — большие увеличения, *4* — локальное электронномикроскопическое исследование, *5* — микродифракционное исследование, *6* — электронографирование в сходящемся пучке, *7* — теневое микроскопическое исследование, *8* — электронографирование в расходящемся пучке

EMU-3A). Большинство микроскопов, кроме приборов JEM-T1, EM-75B и Эльмископ-II, приспособлены для микродифракционных исследований и обычного электронографирования на отражение и прохождение. В микроскопах предельного разрешения дополнительно можно вести микроскопирование в отраженных лучах. Для этого в японском микроскопе JEM-5 вместо механического перекоса осветителя, применяемого в других приборах, используется магнитное отклонение электронного пучка. В этом же приборе можно проводить нагрев до 1000° и охлаждение до —180° исследуемых объектов.

В качестве иллюстрации усложнения приборов с увеличением разрешающей способности можно привести приборы всех трех классов, выпускаемые одной и той же японской фирмой Электрон Оптикс Лаборатори: JEM-T1, JEM-T4 и JEM-5. Количество рукояток управления прогрессивно растет, и конструкция прибора и работа на нем существенно усложняются (рис. 4*а*, 4*б* и 4*в*).

В отношении юстировки приборов требования существенно возрастают по мере повышения класса прибора, т. е. его разрешающей способности. Для получения предельного разрешения в приборах I класса перекос осветительной системы в отношении объектива не должен превосходить $1 \cdot 10^{-4}$ радиана при апертуре осветителя — $5 \cdot 10^{-3}$ радиана. Для получения разрешения порядка 20 Å соответственно угол перекоса не должен превосходить $2{,}5 \cdot 10^{-3}$ радиана.

Юстировка всего микроскопа в целом должна обеспечить сохранение положения центра изображения на оси прибора с точностью до 1 μ (приведенное к объекту) при изменении тока через катушку объектива от 0 до максимального значения.

Одновременно предъявляются весьма жесткие требования и к постоянству основных параметров электронного микроскопа. В табл. 2 (стр. 433) приведены требования к постоянству основных параметров в зависимости от получаемой разрешающей способности электронного микроскопа.

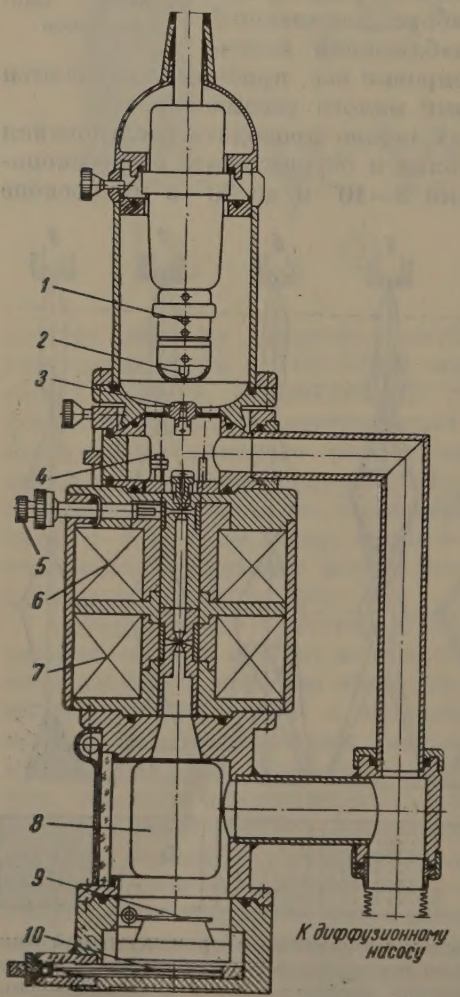


Рис. 4*а*

Рис. 4. Схематический чертеж электронных микроскопов: *а*—малого разрешения—III класса, *б* — высокого разрешения — II класса (стр. 431), *в*—предельного разрешения—I класса: *1*—электронная пушка, *2* —катод, *3* — анод, *4* — камера образцов, *5* — апертурная диафрагма, *6* — объективная линза, *7* — проекционная линза, *8* — смотровое окно, *9* — флуоресцентный экран, *10* — фотокамера, *11* — конденсорная линза, *12* — полевая диафрагма, *13* — промежуточная линза, *14* — дифракционная насадка, *15* — первый конденсор, *16* — конденсорная диафрагма, *17* — второй конденсор, *18* — отклоняющие катушки, *19* — первая объективная линза, *20* — вторая объективная линза, *21* — полевая диафрагма, *22* — лупа (стр. 432)

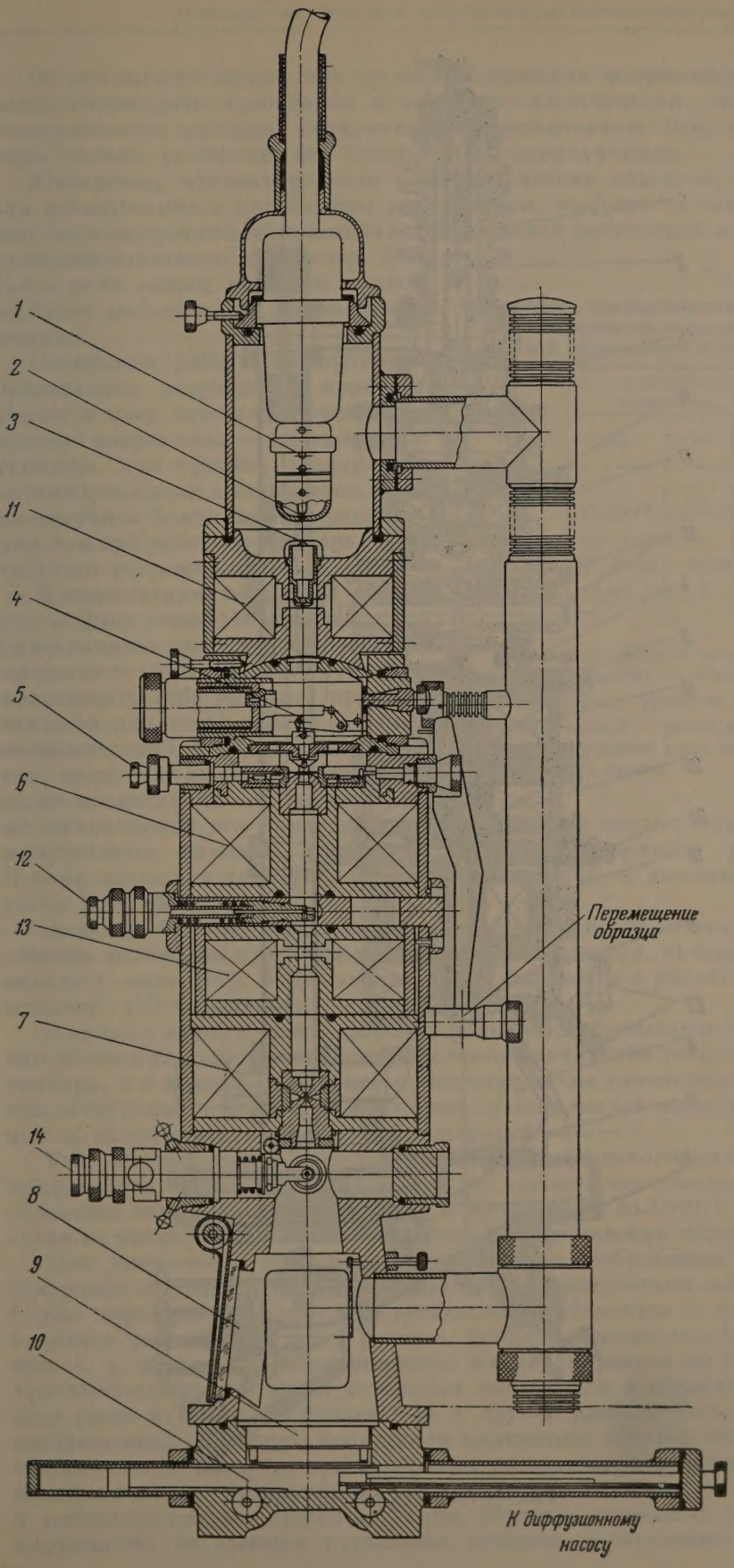

1
2
3
11
4
5
6
12
13
7
14
8
9
10
Перемещение образца
К диффузионному насосу

Рис. 46

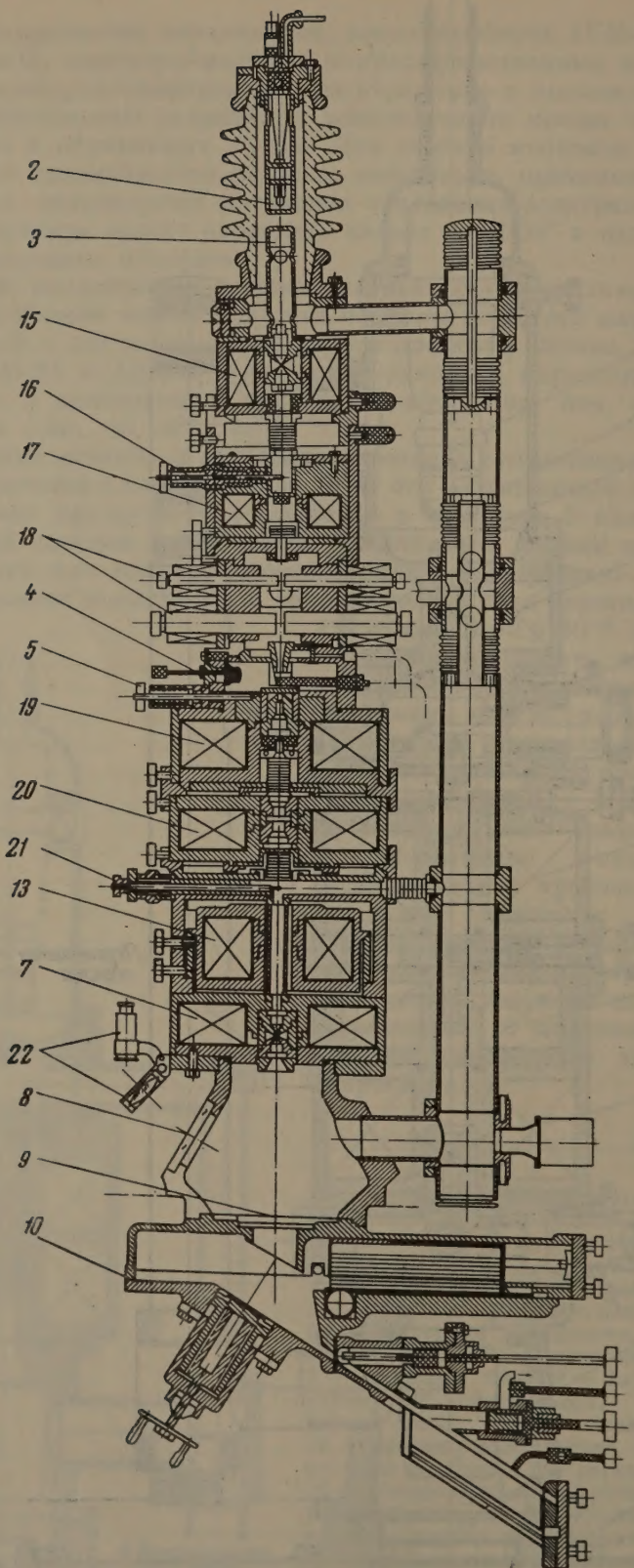


Рис. 4*в* (подпись на стр. 430)

Из сказанного видно, что по мере повышения разрешающей способности возрастают требования к точности изготовления, стабильности электрического питания, юстировке и стигматированию. Это, в свою очередь, сильно усложняет сам прибор и его эксплуатацию.

Юстировка, стигматирование и приготовление объектов, пригодных для исследования с предельным разрешением, требуют от лиц, работающих на электронных микроскопах, специальной подготовки и известного экспериментального искусства. Без этого даже самый хороший прибор не будет работать в оптимальном режиме.

Таблица 2

Требования, предъявляемые к параметрам микроскопов в зависимости от нужной разрешающей способности

Параметры*	Разрешающая способность, Å			Измерение
	5,5	10	20	
$\Delta U/U$ $\Delta U/U$	$<\pm 0{,}6$	$\pm 3{,}5$	± 14	$\times 10^{-5}$
$\Delta I_a/I$	$< 1{,}6$	5	20	$\times 10^{-5}$
Δf_a	$< 0{,}03$	0,09	0,34	μ
ΔH	$<\pm 1{,}5$	± 3	± 6	mOe

* U — ускоряющее напряжение, I — ток через обмотку объектива, ΔI_a — астигматическая разность токов, Δf_a — астигматическая разность фокуса, ΔH — возмущение поля из-за внешних нарушающих полей

Сложность работы на приборах предельного разрешения приводит подчас к тому, что на приборах более низкого разрешения — высокого разрешения, при средних экспериментальных навыках, оказывается, можно получить более высокие разрешения, чем при работе на приборах предельного разрешения.

К недостаткам последних приборов следует также отнести имеющуюся тенденцию сделать их приборами предельной универсальности. Трудно представить себе биолога, приобретающего для своей работы сложный измерительный или металл-микроскоп, даже если их снабдить надлежащими объективами. В электронной же микроскопии это приходится делать, так как только такие приборы, выпускаемые фирмами, позволяют получать предельное разрешение. Против излишней универсальности говорит также и высокая стоимость таких приборов.

Особенно большие трудности испытывают экспериментаторы при проведении юстировки приборов предельного разрешения, которая, как указывалось выше (стр. 430), должна быть выполнена с высокой степенью точности (10^{-4} радиана).

В связи с этим, с одной стороны, появляется стремление путем введения вспомогательных устройств облегчить выполнение точной юстировки прибора, а с другой — желание произвести такие изменения в конструкции электронного микроскопа, которые сделали бы его менее чувствительным к отклонению от идеальной центровки.

Так, для облегчения качественной юстировки в некоторых современных микроскопах используют наложение на ускоряющее выпрямленное напряжение переменного напряжения с амплитудой до 1000 V или воздействие на электронный пучок переменных отклоняющих полей.

Для уменьшения же влияния на качество изображения неточностей центровки в ряде приборов пользуются ахроматической оптикой. Подбором геометрии и магнитного возбуждения объектива и проектива добиваются работы их в таком режиме, чтобы изменение скорости электронов, т. е. ускоряющего напряжения, вызывало равное по величине, но противоположное по знаку изменение увеличения в объективе и проективе (если в одном увеличение, то в другом должно быть уменьшение изображения). Подбором полярности включения обмоток обеих линз достигают также того, что при изменении ускоряющего напряжения не происходит поворота изображения, так как линзы поворачивают изображение в противоположные стороны. Таким образом, изменение ускоряющего напряжения не вызовет ухудшения качества изображения, если даже

на конечном экране микроскопа будет рассматриваться часть изображения, не находящаяся в центре промежуточного изображения и не попадающая на ось объектив—проектив.

В ином случае при нарушенной центровке полевые хроматические ошибки могут сделаться настолько большими, что изображение окажется плохим.

Введение ахроматической оптики не только расширяет допуски на центровку, но также позволяет существенно снизить требования, предъявляемые к постоянству ускоряющего напряжения.

Сложность современных электронных микроскопов высокого и предельного разрешения приводит к естественному стремлению по возможности упростить конструкцию и обращение с приборами. Такое упрощение хотя и приводит к некоторому снижению предельного разрешения, но зато может существенно упростить эксплуатацию прибора. Естественно, что в каждом отдельном случае приходится находить паллиативные решения.

Так, центровка может быть в заметной мере исправлена, при отсутствии юстировочных устройств, подбором положения элементов гильзовых полюсных наконечников, используемых в объективах некоторых электронных микроскопов. Таким путем компенсируются небольшие нарушения геометрии полюсных наконечников и неоднородность их материала. Подгонка элементов гильзового наконечника проводится на заводе-изготовителе, где отмечают положение как внешней гильзы, так и обоих полюсных наконечников в ней.

Для устранения астигматизма в электронном микроскопе японской фирмы Акаши применяются полюсные наконечники с постоянной стигмацией, выполненной на фабрике, что в сочетании с хорошей механической центровкой колонны микроскопа и тщательным подбором магнитных материалов, используемых для изготовления деталей микроскопа, позволяет получать в этом приборе, лишенном юстировочных устройств, разрешение 20 Å. Такие нерегулируемые стигматоры, использование которых намного облегчает работу с микроскопом, конечно, не позволяют полностью исправить астигматизм объектива, так как они не могут скомпенсировать непостоянный астигматизм, возникающий за счет наличия зарядов в местах загрязнений и подзарядки апертурной диафрагмы объектива, особенно при отклонениях ее формы от круговой. Такой изменяющийся по величине и направлению астигматизм может быть исправлен лишь в микроскопах, имеющих регулируемые стигматоры.

Попытки упростить схему питания за счет использования постоянных магнитов пока не привели к заметному упрощению микроскопа, ибо с введением магнитостатики заметно усложнилась фокусировка объектива и была потеряна та гибкость оптики, которая свойственна электромагнитной фокусировке.

К экспериментатору, работающему на электронных микроскопах высокого и предельного разрешения, предъявляется требование уметь готовить объекты, обладающие высоким контрастом. Это необходимо при получении предельного и высокого разрешения, когда элементы объекта по своей рассеивающей способности должны существенно отличаться от величины рассеяния самими пленками-объектоносителями. Для этого объекты сейчас принято наносить на тончайшие пленки, укрепляемые на угольных мембранах с отверстиями. В ряде случаев объекты укрепляются на асбестовых волокнах.

Специальные объекты в виде угольных мембран с отверстиями приходится готовить также и в качестве тест-объектов, по которым проводят стигматирование по наблюдению дифракции Френеля.

Следует особо отметить широкое использование ультрамикротомов, позволяющих делать срезы, толщина которых может быть доведена до 50—70 Å; появление их широко раздвинуло границы применимости

электронного микроскопа в исследовании как биологических, так и других объектов. С применением алмазных ножей получают срезы также и с твердых материалов, таких как кости, минералы, металлические сплавы и т. д.

В заключение я хочу упомянуть о тех работах, которые ведутся для исправления сферической аберрации за счет применения неосесимметричных электромагнитных полей. В случае успеха этих работ можно будет пользоваться объективами с большей апертурой и тем самым с меньшей дифракционной ошибкой. Последняя в современных микроскопах, как известно, по величине равна ошибке, обусловленной сферической аберрацией, в результате выбора малой апертуры. Однако рост апертуры поведет к увеличению хроматической ошибки, уменьшить которую предполагают при помощи хроматизующих фильтров.

Примечание при корректуре. Голландской фирмой «Филипс» выпущен микроскоп первого класса Суперскоп EMV с разрешающей способностью 10 Å, увеличением 1000÷200 000× и ускоряющими напряжениями 30÷100 kV.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Н. М. ПОПОВ

ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП-ЭЛЕКТРОНОГРАФ С УСКОРЯЮЩИМ НАПРЯЖЕНИЕМ в 400 kV

Большинство электронооптических исследований микроструктуры вещества до сего времени производилось при помощи электронных микроскопов и электронографов с ускоряющими напряжениями от 50 до 100 kV. Немногочисленные работы, проделанные за последнее десятилетие с электронными микроскопами, имеющими ускоряющее напряжение свыше 100 kV [1—8], пока еще недостаточно осветили вопрос о целесообразности повышения скорости электронов в электронном микроскопе.

Нами был разработан электронный микроскоп-электронограф с ускоряющим напряжением в 400 kV с целью выяснения возможностей, которые открывает повышение скорости электронов при электронооптических исследованиях микроструктуры вещества. Этот прибор универсален — он может быть использован в качестве электронного микроскопа и в качестве электронографа. Регулярная эксплуатация его для исследований в различных областях науки начата в 1957 г. в качестве электронографа, а в 1958 г. в качестве микроскопа.

В процессе создания этого прибора был проделан ряд исследований, представляющих самостоятельный интерес: исследование электронооптических параметров высоковольтной электронной пушки, разработка эффективных методов защиты от разрядов высокого напряжения, разработка оригинальных узлов высокопроизводительной вакуумной системы (уплотнений, клапанов и т. п.), исследования параметров магнитных линз, разработка ряда механизмов электронного микроскопа и др.

Основные электронооптические параметры прибора находятся пока в непрерывной динамике за счет продолжающихся экспериментов по его усовершенствованию. В настоящий момент они характеризуются следующими данными.

Скорость электронов (учитывая релятивистскую поправку) до 600 keV. Наименьшее разрешаемое расстояние 20 Å. Наибольшее электронооптическое увеличение до 200 тыс. раз, с плавным изменением в широких пределах. Имеется возможность получения дифракционных картин с любого определенного участка изображения объекта (микродифракция). Наименьший диаметр области микродифракции (селективность) 0,05 μ. При переходе на темнопольные изображения последние могут быть индицированы по соответствующим рефлексам дифракционного спектра. Постоянная L при микродифракции может регулироваться в широких пределах. При работе прибора в качестве безлинзового электронографа постоянная L равна 952 мм. Прибор работает как «на просвет», так и «на отражение».

Электронная пушка с термоэмиссионным катодом имеет четыре каскада ускорения по 100 kV. Ее электронная оптика настроена так, что обеспечивает максимальную теоретическую плотность тока в пучке [9]. Пушка имеет механизмы горизонтального и вертикального перемещения катода, регулируемое электрическое смещение на управляющем электроде, регулировку накала катода, механизмы горизонтального перемещения и наклона всей пушки вместе с конденсорной линзой. Кроме того, конденсор-

ная линза имеет перпендикулярное перемещение по отношению к оси пушки.

Одной из оригинальных особенностей вакуумной системы прибора является применение для передачи движения на внутривакуумные механизмы «резьбовых» уплотнений, представляющих собой особой конструкции винтовые резьбы с сальником, заполненным специальной смазкой. При помощи «резьбовых» уплотнений осуществлено управление клапанами и всеми перемещениями внутри колонны микроскопа.

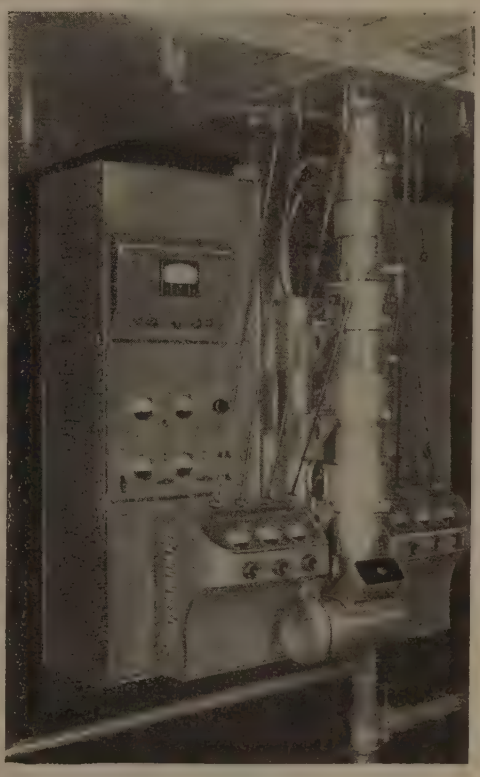


Рис. 1

На рис. 1 и 2 показаны внешний вид и разрез электроннооптической колонны микроскопа. Здесь *А*, *Б*, *В*, *Г* — конденсорная, объективная, промежуточная (дифракционная) и проекционная линзы, *Д* — полуавтоматическая фотокамера с магазином на 12 пластинок размером 6 × 9 см, конструкция которой обеспечивает отсутствие на пластинках фона, обусловленного рентгеновыми лучами. Все эти основные блоки колонны (за исключением конденсорной линзы с апертурной диафрагмой осветительной системы *Ж*) установлены независимо друг от друга на специальной жесткой оптической скамье *Е* при помощи специальных кронштейнов с механизмами перемещения. Тубусы, связывающие блоки, имеют сильфоны и не препятствуют независимому перемещению линз. Оптическая скамья покоится на тяжелой цилиндрической станине, связанной с независимым от здания антисейсмическим фундаментом, подвешенным на рессорах.

Объект вводится в колонну через шлюз *З*. Селекторная диафрагма *И*, служащая для микродифракции [10], расположена в плоскости изображения первой ступени. Она имеет механизм горизонтального перемещения, позволяющий менять выделяемый для микродифракции участок изображения, не перемещая объекта.

Для получения темнопольного изображения, индицированного по определенному рефлексу дифракционной картины, вводится апертурная диафрагма объективной линзы. Она вырезает на дифракционной картине искомый рефлекс, после чего, как обычно, при помощи дифракционной линзы осуществляется переход на темнопольное изображение. Таким образом, при помощи нашего прибора можно определять структуру объекта внутри области, ограниченной селекторной диафрагмой, не только суммарно, но и дифференцированно, по свечению отдельных элементов изображения.

Для работ, требующих применения безлинзового электронографа, линзовые блоки колонны микроскопа быстро заменяются пустыми тубусами. На место объективной линзы устанавливается специальный кристаллодержатель, допускающий вращение объекта в азимутальной и вертикальной плоскости (азимутальные повороты при работе «на просвет»

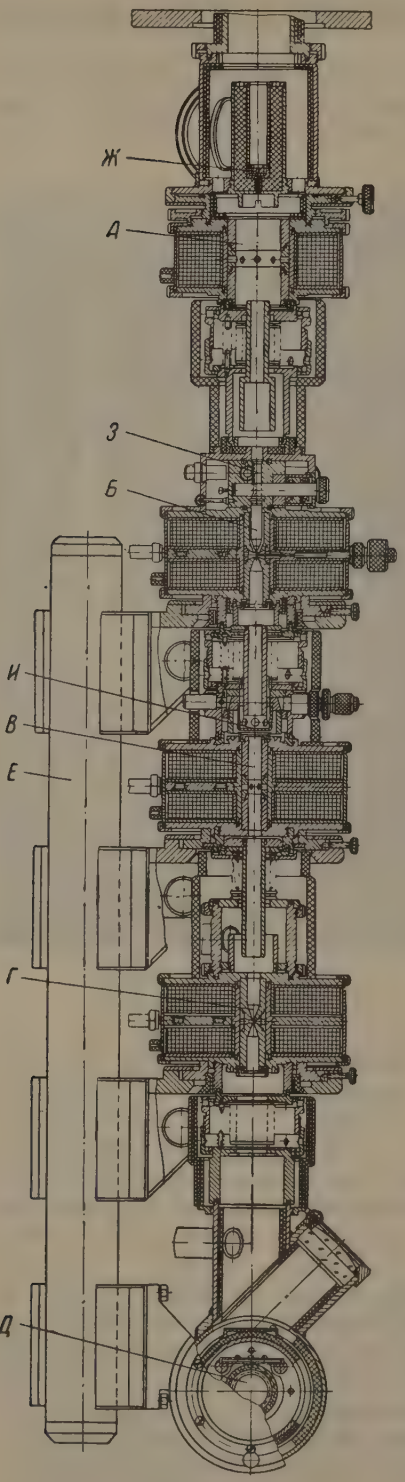


Рис. 2

до 75°), с отсчетами углов по лимбам. В кристаллодержателе устанавливаются одновременно шесть объектов.

Для исследования объектов, не проводящих электрический ток, имеется дополнительная электронная пушка с ускоряющим напряжением 200 V, при помощи которой снимаются возникающие на объекте заряды.

Питание линз микроскопа осуществлено от аккумуляторной батареи. Высоковольтное питание осуществлено по схеме каскадного умножения напряжения (рис. 3) на шести кенотронах $Л_1$, $Л_2$, $Л_3$, $Л_4$, $Л_5$, $Л_6$ и конденсаторах C_{18}, C_{19}, C_{20}, C_{23}, C_{30}, C_{31} с двухкаскадным фильтром на конденсаторах C_{12}, C_{13}, C_{14}, C_{15} и сопротивлениях R_{23}, R_{24}, R_{25}, R_{26}, R_{27}, R_{28}, R_{29}. Питание кенотронов осуществлено от системы трансформаторов $Тр_1$, $Тр_2$, $Тр_6$, $Тр_8$, $Тр_{10}$ промышленной частоты с высоковольтной изоляцией обмоток. Питание первичной цепи высоковольтного трансформатора $Тр_4$ осуществлено от моторгенератора M, выполняющего роль стабилизатора напряжения. R_{18} — делитель напряжения пушки.

Кроме того, схема содержит ряд элементов защиты цепей от разрядов высокого напряжения и оригинальное газоразрядное реле, предотвращающее пробои высокого напряжения (описание которого составит предмет другой работы), а также термопарные манометры, блокировочные устройства и проч.

Какие преимущества обеспечивают нашему прибору высокие скорости электронов? Прежде всего снижение аберраций: относительно малая длина волны быстрых электронов (в нашем случае $\lambda = 0{,}016$ Å) позволяет снижать угловые апертуры. Весьма большую роль играет относительно большой запас яркости электронного луча, которая возрастает с повышением ускоряющего напряжения [11, 12]. Кроме того, возрастают фотоэффект на пластинке и яркость свечения экрана вследствие большей энергии электронов. Следует учитывать также, что объект может выдержать, не разрушаясь, бóльшие плотности тока пучка за счет бóльшей проникающей способности быстрых электронов. Совокупность этих факторов приводит к очень большому выигрышу в яркости изображения и сокращению экспозиций.

При работе с обычными микроскопами возможность использования апер-

тур, оптимальных в отношении аберраций, в подавляющем большинстве случаев не реализуется — для этого не хватает яркости. В нашем же микроскопе, хотя оптимальная апертура значительно меньше, чем для более медленных электронов, ее можно применять даже при весьма больших увеличениях (в 100—200 тыс. раз). Рабочей апертурой для нашего микроскопа является 10^{-4} радиана, тогда как обычно микроскопы работают при апертурах 10^{-2} —10^{-3} радиана.

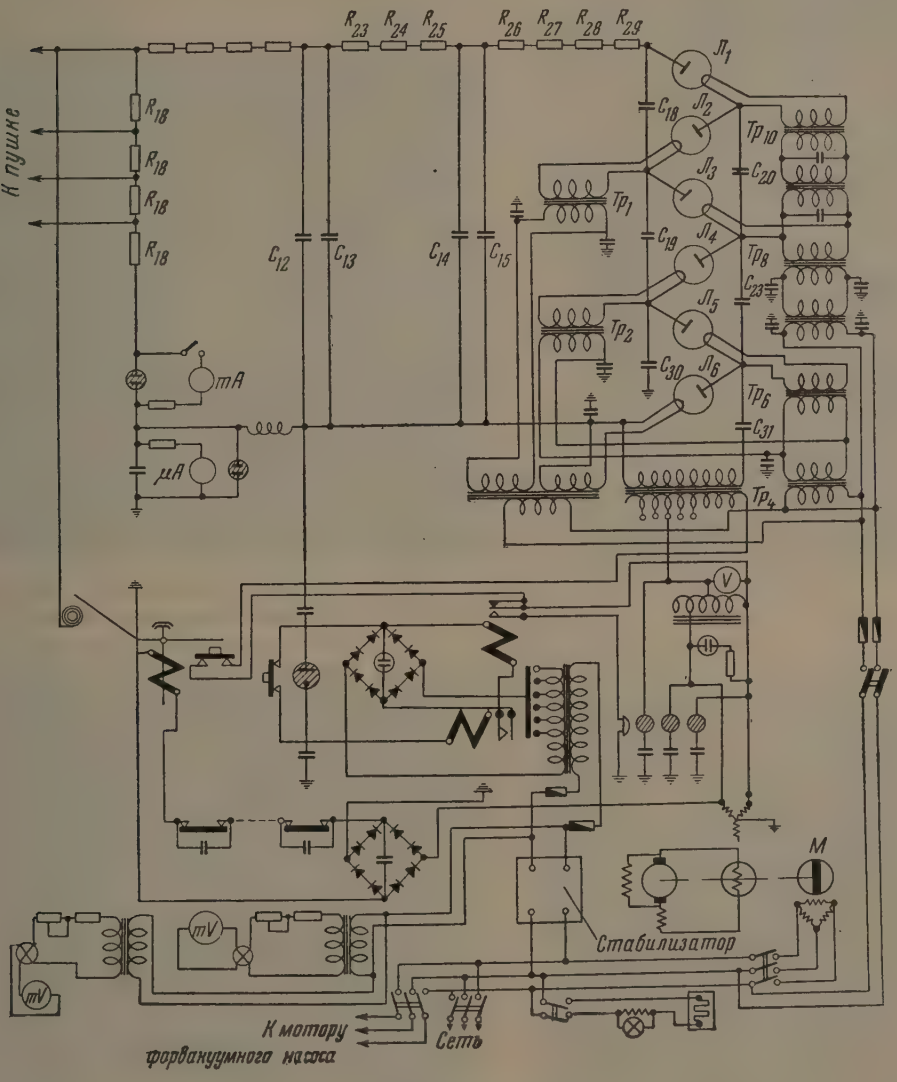


Рис. 3

Одним из важнейших обстоятельств, определяющих применение высоковольтного микроскопа, является возможность исследования более толстых и менее теплостойких объектов. Так, например, при ускоряющих напряжениях порядка 400 kV оказалось возможным исследование железа при толщине до 0,1 μ, большинства минералов — до 1 μ, алюминия — до 2 μ, биологических объектов — до нескольких микрон. Это очень расширяет область применения электронного микроскопа, так как большинство желательных объектов исследования не может быть приготовлено в виде достаточно тонких пленок для исследования их при помощи 50—100 kV-ных электронов.

Многие объекты, изменяющие свою структуру и даже химический состав под действием электронного луча, имеющего скорость до 100 keV, в нашем приборе не изменяются или же изменяются настолько медленно, что можно было успеть наблюдать их первоначальное состояние (например, ряд веществ в биологических тканях). Возникает также возможность исследования объектов, помещенных в тонком слое воздуха при атмосферном давлении.

Важнейшим преимуществом высоковольтной микроскопии является повышение селективности микродифракции, так как главным препятствием для уменьшения диаметра области объекта, от которой должна быть получена дифракционная картина, является дефицит яркости. Поэтому, если для 100 kV-ного микроскопа практическим пределом диаметра области микродифракции является 1 μ, то в нашем приборе можно работать при диаметре 0,05 μ и даже меньше. Возрастает яркость и разрешение темнопольных изображений; поэтому мы часто прибегали к этому методу исследования.

Подводя вкратце итог первых исследований, произведенных при помощи электронного микроскопа — электронографа с ускоряющим напряжением в 400 kV, следует отметить несколько наиболее специфических случаев применения этого прибора.

Исследование дисперсных минералов, произведенное нами совместно с Звягиным [13, 14], показало возможность получения монокристаллических дифракционных картин практически для любых минералов, имеющих кристаллическую структуру, что позволило уточнить их кристаллическую решетку, так как ранее полученные дебаеграммы и текстуры вообще не дают непосредственного представления о симметрии обратной решетки и допускают совпадения рефлексов. На рис. 4 показана микроэлектронограмма двойника кристаллов каолинита.

В металловедении выявилась возможность исследования «на просвет» металлических фольг, приготовленных уточнением массивных образцов. Совместно с Ю. А. Скаковым нами были произведены исследования ряда сплавов путем получения темнопольных и светлопольных микрофотографий и микродифракционных картин отдельных участков с индицированием темнопольных изображений по электронограммам. На рис. 5 показана светлопольная микрофотография образца пружинного сплава на кобальтовой основе, подвергнутого холодной прокатке. Здесь можно видеть весьма дисперсную мозаичную структуру с размерами блоков порядка 100 Å. На рис. 6 дана электронограмма с участка зерна *2*. Такие электронограммы дают представление о степени дезориентировки.

Были получены микрофотографии ряда биологических объектов, доступных для обычного электронооптического исследования только при ультрамикротомных срезах. При этом, например, были разрешены внутренние структуры хлоропластов, бактериальных спор, сперматозоидов, дрожжевых клеток и ряда крупных бактерий. На рис. 7 показано темнопольное изображение бактерии Sarcina flava, полученное нами и М. Я. Корн.

Сейчас уже можно с уверенностью указать на ряд специфических областей применения высоковольтного микроскопа-электронографа, недоступных для какой-либо иной методики исследования. Таковы, например, прямое микродифракционное исследование металлов, исследование дислокаций с применением микродифракции, исследование монокристаллов дисперсных минералов (и вообще дисперсных веществ), исследование без помощи ультрамикротома ряда биологических объектов, имеющих толщину, недоступную для низковольтных электронооптических приборов.

В последнем случае трудно даже переоценить те возможности, которые должны открыть перед биологией и биохимией микродифракционные исследования, тем более, что до сего времени электронооптические исследо-

Рис. 4

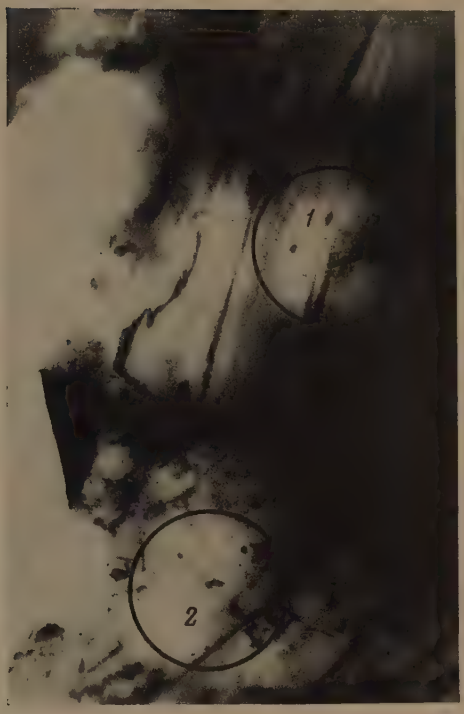


Рис. 5

Рис. 6

Рис. 7

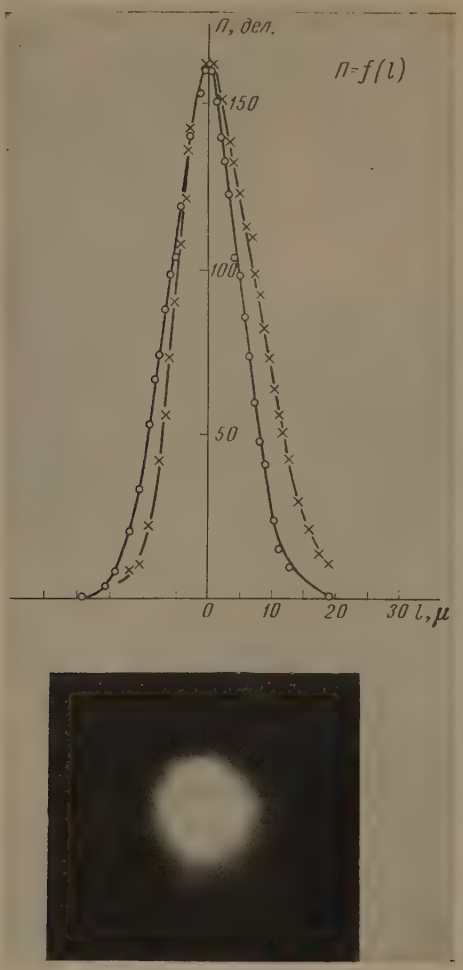


Рис. 7. Изображение пятна и кривая распределения интенсивности облучения в пятне. Пятно получено при работе с остроконечным катодом $П = f(l)$

Рис. 8. Изображение пятна, полученного с двойным конденсором. Справа от пятна видно изображение нити толщиной 0,73 μ

вания биологических объектов ограничивались лишь получением морфологических картин без каких-либо попыток дифференцированного исследования их молекулярных структур.

Кроме перечисленных, специфической областью применения высоковольтной микроскопии является вообще любая область, требующая уменьшения диаметра поля микродифракции.

Цитированная литература

1. Müller H. O., Ruska E., Kolloid. Z., **95**, 21 (1941).
2. Ardenne M., Z. Phys., **117**, 657 (1941).
3. Zworikin V. K., Hillier J., Vance A. W., J. Appl. Phys., **12**, 738 (1941).
4. Hillier J., Vance A. W., Proc. I. R. E., **29**, 167 (1941).
5. Poole J. B., Phil. Techn. Rev., **9**, 33 (1947).
6. Poole J. B., Phil. Techn. Rev., **9**, 193 (1947).
7. Cosslet V. E., J. Sci. Instr., **26**, 163 (1949).
8. Tadano B., J. Electronmicroskopy, **4**, 5 (1956).
9. Попов Н. М., см. настоящий номер журнала, стр. 494.
10. Haine M. E., Page K. S. Garfitt R. I., J. Appl. Phys., **21**, 173 (1950).
11. Langmuir I., Proc. I. R. E., **25**, 977 (1937).
12. Haine M. E., Brit. J. Appl. Phys., **3**, 40 (1952).
13. Попов Н. М., Звягин Б. Б., Кристаллография, **3**, 706 (1958).
14. Попов Н. М., Звягин Б. Б., Изв. АН СССР. Сер. физ., **23**, *6* (1959).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

П. А. СТОЯНОВ, Г. А. МИХАЙЛОВСКИЙ и В. В. МОСЕЕВ

ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП УЭМБ-100 С ДВУХЛИНЗОВЫМ КОНДЕНСОРОМ

Электронный микроскоп УЭМБ-100 (рис. 1) — прибор универсального типа, обладающий высокой разрешающей способностью. Он предназначен для обычных электронномикроскопических исследований объектов на просвет, а также для ряда других исследований — электронографических на просвет и отражение, микродифракционных, для исследования объектов, изображение которых формируется отраженными электронами, и. т. д.

Прибор имеет осветительную систему, состоящую из электронной пушки и двух конденсорных линз. При помощи двух линз — сильной (короткофокусной) и слабой (длиннофокусной) — можно регулировать величину площади объекта, облучаемой электронным пучком. Это дает возможность исследовать в микроскопе объекты, нестойкие по отношению к электронному пучку.

Изображение объекта в микроскопе создается тремя линзами — объективной, промежуточной и проекционной. Система из трех линз обеспечивает плавное и непрерывное изменение электронооптического увеличения микроскопа в интервале 250÷150 000× при постоянном размере поля изображения. Указанные пределы изменения увеличения вполне достаточны для реализации высокой разрешающей способности, которой обладает прибор.

Конструкция УЭМБ-100 позволяет производить юстировку элементов колонны во время работы на микроскопе. Для этого в приборе имеется ряд юстировочных механизмов. Приосевой астигматизм объектива также компенсируется во время работы на микроскопе при помощи стигматора. Надлежащая юстировка прибора, осуществляемая при помощи юстировочных механизмов, и компенсация приосевого астигматизма стигматором объектива позволяют достигнуть паспортного разрешения микроскопа, равного 15—20 Å. Высокостабилизованные источники питания электронной пушки микроскопа и линз обеспечивают большую вероятность получения указанного разрешаемого расстояния.

Максимальное ускоряющее напряжение микроскопа 100 kV. Кроме ступени 100 kV, имеются ступени 50 и 75 kV. Наличие нескольких ступеней ускоряющего напряжения дает возможность исследовать объекты различной толщины и плотности при достаточном контрасте изображения.

Высокое напряжение по высоковольтному кабелю подводится к электронной пушке при помощи так называемого бронированного ввода. Применение бронированного ввода позволило устранить влияние атмосферных условий на его работу.

Электронная пушка *2* (рис. 2) состоит из трех элементов — V-образного вольфрамового катода, фокусирующего электрода и анода. Катод и фокусирующий электрод могут перемещаться относительно анода при помощи винтов *1* до достижения надлежащей соосности электродов. В остальном пушка не отличается от обычных трехэлектродных пушек с накаливаемым катодом, применяемых в большинстве электронных микроскопов.

Принцип действия двухлинзового конденсора показан на рис. 3,*а*. Конденсор состоит из короткофокусной и длиннофокусной линз. В фокальной плоскости короткофокусной линзы находится первое (уменьшенное) изображение источника электронов. Второе изображение источника создается длиннофокусной линзой в плоскости объекта, причем увеличение второй линзы близко к единице. В результате площадь облучения объекта при работе двухлинзового конденсора уменьшается в десятки раз по сравнению с площадью облучения в случае работы с одним конденсором (ср. *а* и *б* рис. 3).

Размер зоны облучения можно изменять регулировкой тока первой линзы. При этом изменяется фокусное расстояние первой линзы и пропорциональный фокусному расстоянию диаметр первого изображения источника электронов.

Конструкция двухлинзового конденсора показана на рис. 4. Конструктивно он представляет собой блок из двух линз. Верхняя линза *1* может перемещаться относительно нижней линзы *4* при помощи винтов *2*. Это позволяет совместить оси обеих линз. Для совмещения оси освещающего пучка с осью объектива конденсорный блок вместе с электронной пушкой может перемещаться относительно объектива микроскопа винтами *7* и наклоняться относительно оси объектива винтами *3*. Во время наклона вращение осветительной системы происходит вокруг точки, лежащей в плоскости объекта.

Линзы конденсора имеют полюсные наконечники. В наконечнике первой линзы расположена неподвижная диафрагма. В щель наконечника второй линзы вставляется пластина с пятью сменными диафрагмами. Диафрагмы могут меняться одна за другой и юстироваться во время работы на микроскопе. Смена и юстировка диафрагм производится при помощи ручек *6*.

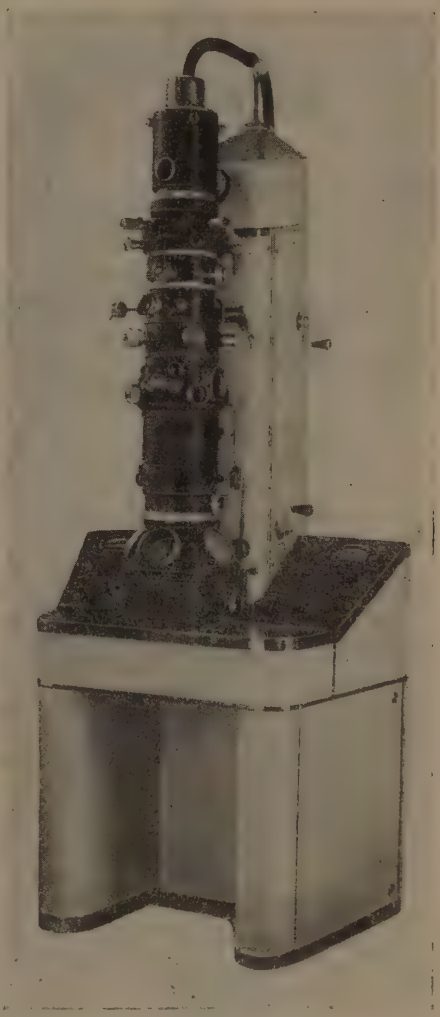


Рис. 1. Электронный микроскоп УЭМБ-100

В нижнем канале полюсного наконечника второй линзы расположен стигматор *5*. Он служит для устранения приосевого астигматизма слабой линзы. Необходимость в стигматоре возникает в том случае, если зона облучения снижается до минимума, а линза работает при больших апертурных углах осветительной системы. При этих условиях приосевой астигматизм длиннофокусной линзы не позволяет получить достаточно малой зоны облучения. Кроме того, заметно падает интенсивность облучения объекта [1]. Стигматор позволяет устранить вредное влияние астигматизма длиннофокусной линзы и получить заданный размер зоны облучения без потери интенсивности облучения.

Настройка стигматора двухлинзового конденсора производится по каустике, наблюдаемой на конечном экране. Этот метод настройки прост

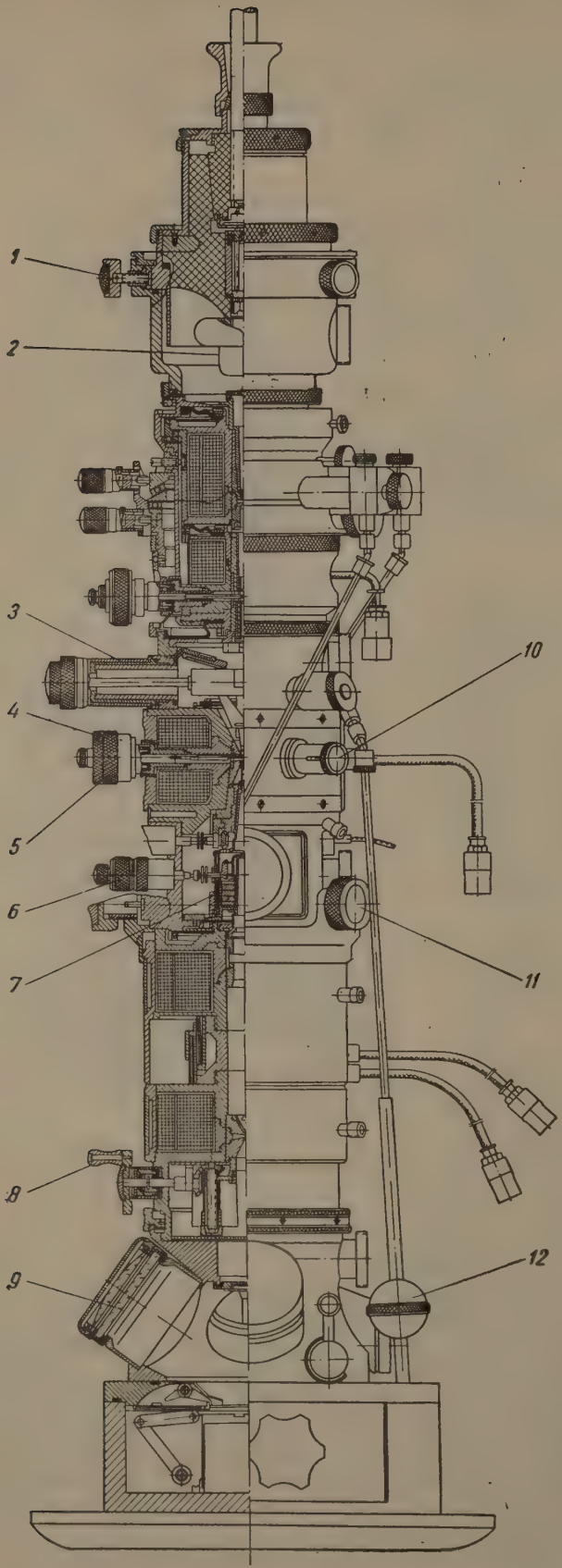


Рис. 2. Разрез колонны микроскопа УЭМБ-100: *1* — винты перемещения электронной пушки, *2* — электронная пушка, *3* — шлюзовое приспособление, *4* и *5* — ручка для ввода, вывода и юстировки апертурной диафрагмы, *6* — ручка для удаления селекторных диафрагм, *7* — пермаллоевый стакан, *8* — ручка для ввода и вывода полюсного наконечника, *9* — смотровое окно, *10* — ручка для опускания апертурной диафрагмы в канал полюсного наконечника, *11* — винты для юстировки объектива, *12* — ручки для перемещения объекта

и нагляден. Он позволяет осуществить стигмацию за 1—2 мин. На рис. 5 показаны различные фазы, которые претерпевает каустика при изменении тока второй линзы, при включенном и выключенном стигматоре. Первые снимки верхнего и нижнего ряда позволяют сравнить форму зоны облучения объекта, которая получается со стигматором и без него.

Метод уменьшения зоны облучения объекта при помощи двухлинзового конденсора не является единственным. Возможен другой способ решения той же задачи — создание источника электронов с достаточно малым радиусом.

Как известно, катоды, представляющие собой вольфрамовое острие, нагреваемое электрическим током до высокой температуры, могут служить в качестве такого источника электронов с малым радиусом. В настоящее время разработаны как методы изготовления острий из вольфрамовой проволоки [2], так и конструкция катода, позволяющая нагревать его до необходимой температуры [3]. Собственно катодом служит центральный вольфрамовый стержень с заостренным концом (рис. 6). По нему протекает ток, нагревающий стержень до высокой температуры. Отвод тока осуществляется при помощи вольфрамовых токопроводов, каждый из которых представляет собой свитую вдвое вольфрамовую проволоку с петлей на конце. Петли надеты на стержень и образуют с ним электрический контакт на расстоянии 0,7—0,8 мм от острия. Необходимое прижатие петель к стержню обеспечивается пружинным действием свитой вольфрамовой проволоки обоих токопроводов.

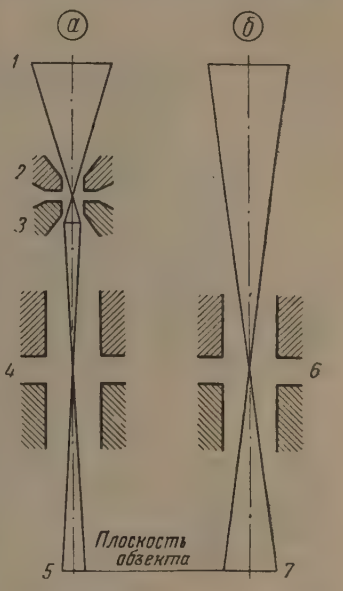


Рис. 3. Схема работы двухлинзового конденсора (*а*) и конденсора, состоящего из одной линзы (*б*): *1* — источник электронов, *2* — первая линза, *3* — первое изображение, *4* — вторая линза, *5* — второе изображение, *6* — конденсор, *7* — изображение источника электронов

На рис. 7 (см. оборот вклейки I к стр. 441) приведено увеличенное изображение пятна в плоскости объекта для катода, радиус закругления острия которого был меньше 1 μ. Зона облучения, как видно из этого рисунка, имеет почти форму круга. Интенсивность облучения к краям зоны падает. Почернение фотопластинки в области изображения пятна фотометрировалось в двух взаимно перпендикулярных направлениях. На рис. 7 приведены кривые почернения для обоих направлений. Масштаб кривых отнесен к плоскости объекта. За радиус зоны облучения можно принять среднюю полуширину этих кривых. Согласно рис. 7, он равен 7 μ. Это в несколько раз меньше радиуса зоны облучения, получающейся с V-образным катодом.

Оказалось, что радиус пятна практически не меняется, если катод затупить до ϕ 12 μ. Это понятно, если учесть, что в случае острого катода пучок формируется из электронов, эмитированных не только с острия, но и с боковых поверхностей катода, расположенных вблизи острия. В результате размер источника электронов значительно превышает радиус закругления острия и практически перестает от него зависеть.

Минимальный размер зоны облучения, который был получен при помощи катода с заостренным концом, значительно больше размера зоны облучения, получаемой при помощи двухлинзового конденсора. Диаметр облучаемой области объекта в последнем случае может быть снижен до 1 μ и даже до еще меньшей величины.

На рис. 8 (см. оборот вклейки I к стр. 441) приведена фотография пучка в плоскости объекта, увеличенного линзами микроскопа. Чтобы судить о величине пятна, в патрончике объектодержателя нами была

установлена диафрагма со стеклянной нитью толщиной 0,73 μ. На приводимых фотографиях виден силуэт нити, который служит масштабом изображения. Из сравнения диаметра пятна с толщиной нити находим, что первый не превышает 1 μ. Тем не менее катоды с заостренным кон-

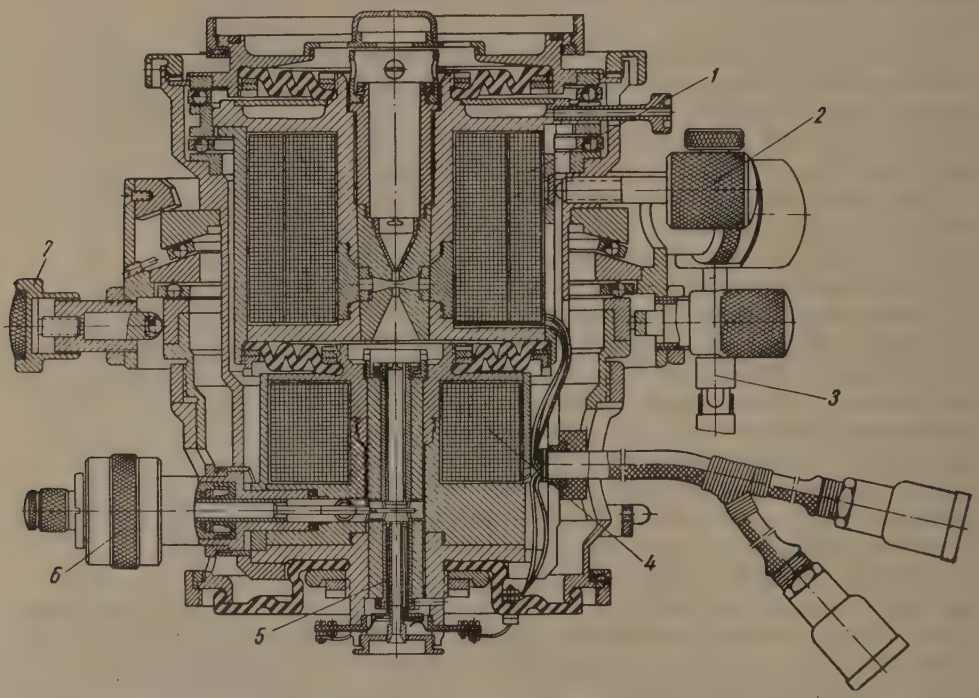


Рис. 4. Двухлинзовый конденсор: *1* — верхняя линза, *2* и *3* — винты, *4* — нижняя линза, *5* — стигматор, *6* — ручки для смены и юстировки диафрагмы, *7* — винты

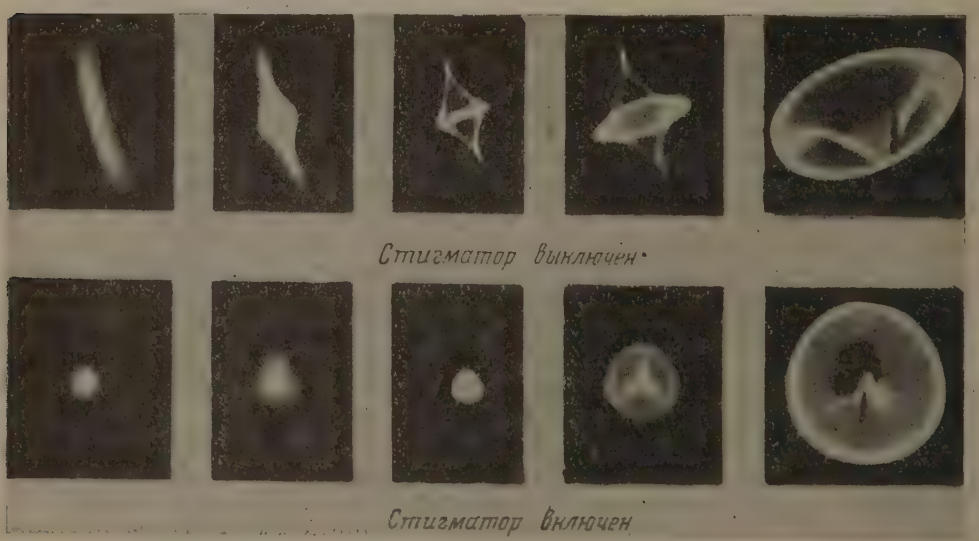


Рис. 5. Устранение астигматизма второй линзы стигматором

цом представляют несомненный интерес, так как они могут применяться в первой модели микроскопа УЭМБ-100 с однолинзовым конденсором [4], в микроскопах УЭМ-100, ЭМ-100, а также в микроскопах упрощенного типа.

Объектив микроскопа УЭМБ-100 состоит из трех частей (см. рис. 2). В верхней части расположена камера объектов со шлюзом и столиком. В средней части находится обмотка возбуждения с магнитопроводом и полюсным наконечником. Здесь же расположены механизмы апертурной диафрагмы. Нижняя часть — тубус объектива, в котором расположены механизмы стигматора и селекторных диафрагм для получения микродифракционных снимков.

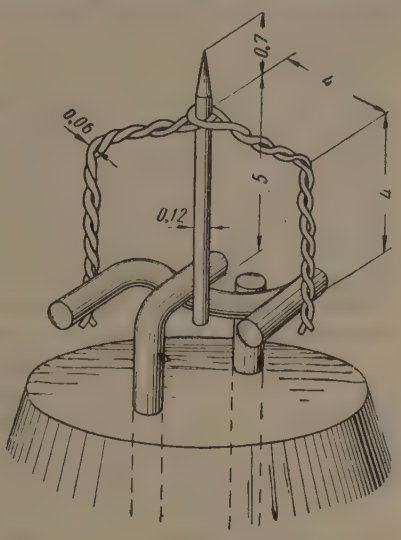


Рис. 6. Катод с заостренным концом

Шлюзовое приспособление *3* служит для смены объектов с напуском небольшой порции воздуха в колонну микроскопа. Оно состоит из гильзы, внутри которой расположен механизм патрончика объекта, и заглушки с запором. Время, необходимое для смены и шлюзования объекта, не превышает двух минут.

Столик объектов позволяет перемещать объект ручками *12* в плоскости, перпендикулярной оптической оси, в пределах 0,8 × 0,8 мм, а также наклонять его относительно той же оси на угол $\pm 6°$ для получения стереоскопических снимков.

Механизм апертурной диафрагмы расположен в латунном диске, разделяющем обмотку возбуждения объектива на две части. Сама диафрагма располагается в щели полюсного наконечника. При помощи механизма ее можно вводить и выводить из щели полюсного наконечника и юстировать при помощи ручек *4* и *5*, а также опускать в нижний канал полюсного наконечника ручкой *10*. Перемещение диафрагмы в вертикальном направлении возможно в пределах 1,5 мм. Все эти операции производят на работающем микроскопе, не прерывая наблюдения. Они необходимы для юстировки осветительной системы прибора (апертурная диафрагма убирается с пути пучка), юстировки самой апертурной диафрагмы (диафрагма перемещается в плоскости, перпендикулярной к оси) и для индицирования электронограммы (диафрагма опускается в заднюю фокальную плоскость объектива).

Стигматор объектива расположен в нижнем канале полюсного наконечника. Механизм вращения стигматора, при помощи которого изменяется ориентация астигматизма, расположен в тубусе. Ручка вращения выведена наружу через вакуумное уплотнение. Величина астигматизма изменяется регулировкой тока возбуждения стигматора при помощи реостата. Ручка реостата находится на пульте управления. Принцип действия стигматора нами уже был описан [5]. Поэтому здесь нет необходимости на нем останавливаться.

Механизм селекторных диафрагм находится в пермаллоевом стакане *7* (рис. 2). Он предназначен для последовательной смены двух диафрагм и удаления их ручками *6* с пути пучка. Кроме того, столик этого механизма позволяет перемещать каждую диафрагму для выбора участка объекта, с которого хотят получить дифракционный спектр.

Для увеличения числа сменных селекторных диафрагм (до шести) в настоящее время разрабатывается новый, более совершенный, механизм селекторных диафрагм.

Профилактическая чистка узлов микроскопа, находящихся под воздействием электронного пучка и загрязняющихся с течением времени, может производиться без разборки колонны микроскопа. Извлечение полюсных наконечников объектива и промежуточной линзы, стигматора

селекторных диафрагм производится через два люка, расположенных с двух боковых сторон тубуса объектива. При помощи специального ключа через эти же люки может быть извлечена диафрагма поля зрения проекционной линзы. Другие диафрагмы, в том числе апертурная диафрагма и пластина с диафрагмами осветительной системы, удаляются непосредственно со своими держателями через специальные каналы без разборки микроскопа.

К объективу микроскопа разработаны приставки, при помощи которых могут исследоваться монолитные металлические образцы в отраженных электронных лучах. Специальный переходник, устанавливаемый в верхней части объектива на камере объектов, наклоняет осветительную систему на угол 8°. Это позволяет облучать металлические образцы скользящим пучком (угол скольжения 4°) и наблюдать их изображение в отраженных лучах подобно тому, как это делается в отражательном электронном микроскопе. Исследуемый объект в этом случае помещается в специальный объектодержатель, причем его поверхность, наблюдаемая в микроскопе, составляет с оптической осью угол, равный 4°.

Для получения дифракционного спектра на отражение на одном из люков объектива располагается кристаллодержатель, который позволяет перемещать исследуемый объект в плоскости, перпендикулярной к оптической оси, а также поворачивать его на различные углы в двух взаимно перпендикулярных плоскостях.

Объектив имеет гибкое сочленение с промежуточной линзой. Вакуумно плотное соединение обеих линз осуществлено при помощи резиновой мембраны. Это позволяет юстировать объектив относительно последующих линз винтами *11* (рис. 2).

Промежуточная и проекционная линзы конструктивно объединены в единый блок. Под проекционной линзой расположен механизм для установки и удаления из канала линзы полюсного наконечника. Чтобы удалить полюсный наконечник, необходимо вращать ручку *8* (рис. 2). При этом наконечник опускается вниз и затем отводится в сторону от канала линзы. Одновременно непосредственно под каналом устанавливается цилиндрический экран. Чтобы установить наконечник обратно в канал проекционной линзы, следует вращать ту же ручку в обратном направлении.

В нижней части колонны микроскопа располагается тубус с фотокамерой.

Тубус имеет три смотровых окна *9* (рис. 2). В горловине тубуса расположен шлюзовой механизм. Он дает возможность во время смены фотопластинок ограничивать попадание воздуха только тубусом и фотокамерой.

Фотокамера снабжена шторным затвором, при помощи которого экспонируются фотопластинки. Устройство затвора таково, что каждая фотопластинка может экспонироваться только один раз. Фотопластинки в количестве 12 штук расположены в специальном сменном магазине.

Откачка воздуха из колонны микроскопа производится через четыре патрубка. Вакуумная система имеет диффузионный масляный насос ЦВЛ-100 и форвакуумный насос РВН-20. Для предотвращения попадания масла из насосов в колонну на форвакуумной и высоковакуумной линиях расположены ловушки, охлаждаемые проточной водой. Все переключения вакуумной системы производятся двумя кранами, один из которых расположен на форвакуумной линии, а другой — на линии высокого вакуума.

Стенд микроскопа УЭМБ-100 состоит из стола с пультами и шкафа вакуумной системой. Пульт управления разделен на две части. С него производятся все переключения схемы питания линз и ускоряющего напряжения.

Источники питания расположены вне стенда микроскопа в специальном шкафу и в двух высоковольтных баках.

Заключение

Универсальный электронный микроскоп УЭМБ-100 является прибором первого класса. Достаточно совершенная конструкция прибора, а также наличие в нем корректирующих линз — стигматоров, механизмов для юстировки оптических элементов и диафрагм прибора и высокостабилизованных источников питания обеспечивает высокую разрешающую способность порядка 15 Å.

Вместе с тем микроскоп УЭМБ-100 — прибор многоцелевого назначения, предназначенный для исследования объектов на просвет и отражение, фотографирования дифракционного и микродифракционного изображений, получения стереоскопических снимков и т. д. Двухлинзовый конденсор существенно облегчает исследования объектов, легко разрушающихся под действием пучка. Прибор прост в наладке и надежен в эксплуатации. Конструкция микроскопа облегчает уход за ним, профилактический осмотр, чистку и т. п.

Цитированная литература

1. Стоянов П. А., См. настоящий номер журнала, стр. 467.
2. Niemeck F. W., Ruppin D., Z. angew. Phys., **6**, 1 (1954).
3. Sakaki Y., Mollenstedt, Optik, **13**, 193 (1956).
4. Стоянов П. А., Поливанов В. В., Михайловский Г. А., ПТЭ, *4*, 51 (1958).
5. Стоянов П. А., Оптико-механическая промышленность, *4*, 40 (1958).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. В. ПОЛИВАНОВ, В. В. ИЛЬИН, А. В. ИЗЪЮРОВ,
Н. И. ПЯТАКОВ и Р. В. ШУМОВА

ПИТАЮЩЕЕ УСТРОЙСТВО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА УЭМБ-100

Для того чтобы питающее устройство не ограничивало высокого разрешения микроскопа (15—20 Å), согласно исследованиям, проведенным Лейзегангом [1], нестабильность высокого напряжения и токов линз не должна превышать $(8 \div 14) \cdot 10^{-3}\%$, что является трудной технической задачей, особенно если учесть высокие напряжения до 100 kV, применяемые в микроскопе.

Задача снижения нестабильности токов линз решена в новом питающем устройстве путем дальнейшей работы над основной схемой питания линз, принятой еще в 1955 г. для микроскопа УЭМ-100. Необходимое снижение нестабильности высокого напряжения достигнуто введением электронной стабилизации.

Развитие и усложнение электронноoптической части микроскопа УЭМБ-100 по сравнению с ранее разработанными моделями повлекло за собой также развитие и усложнение питающего устройства.

Принципиальная схема

Общая компоновка схемы нового питающего устройства показана на рис. 1. Питание линз осуществляется по двум отдельным независимым направлениям от выпрямителей 1 и 2. Такое разделение с самого начала схемы делает регулировку токов различных линз более независимой друг от друга. Оба выпрямителя имеют совершенно одинаковые конструкцию и выходные характеристики: напряжение около 700 V при токах нагрузки до 0,5 А. Пульсации напряжения не превышают 0,2% при полной нагрузке. Выпрямители собраны на селеновых вентилях. Мощность, потребляемая одним выпрямителем, соответствует полному использованию выходной мощности одного электромагнитного стабилизатора типа СНЭ-220-0,5.

Обмотки всех линз, кроме 1-й конденсорной, питаются через электронные стабилизаторы тока, построенные по принципиальной схеме, показанной на рис. 2. Питание усилительных ламп предварительно стабилизованным анодным напряжением дало возможность значительно упростить и облегчить схему при одновременном повышении коэффициентов стабилизации [2]. Нестабильность тока в линзах, кроме 1-й конденсорной, к нестабильности тока которой предъявляются менее жесткие требования, в среднем составляет 0,001%. Стабилизаторы одновременно используются как электронные регуляторы тока. Для расширения диапазона регулировки обмотки линз (кроме 2-й конденсорной) секционированы. Переключением малой секции навстречу или последовательно основной действующее число ампер-витков можно изменять вдвое. Общий диапазон регулировки ампер-витков объективной, промежуточной и проекционной линз имеет 6-кратное перекрытие (750÷4500). Эти три линзы имеют по одинаковому числу витков с одинаковым сопротивлением и питаются от одинаковых стабилизаторов тока. Ампер-витки 2-й конденсорной линзы регулируются в пределах 340÷1200.

Питание 1-й конденсорной линзы стабилизуется по напряжению. Нестабильность тока в среднем 0,05%. Ампер-витки 1-й конденсорной линзы, в отличие от остальных, регулируются ступенями в пределах 500÷3000. Ток каждой последующей ступени больше предыдущей примерно в 1,2 раза.

Электромагнитные стигматоры 2-й конденсорной и объективной линз получают питание от отдельных низковольтных выпрямителей, собранных на селеновых вентилях.

Источник высокого напряжения обеспечивает микроскоп высоким напряжением отрицательной полярности. Напряжение регулируется ступенями 50, 75 и 100 kV при токах нагрузки до 120 μA.

Необходимое снижение нестабильности высокого напряжения осуществляется введением электронной стабилизации с обратной связью. Принципиальная схема стабилизатора показана на рис. 3. В первичную цепь повышающего трансформатора вводится автоматически управляемое с выхода сопротивление в виде двух групп электронных ламп. Диоды лампы 6Х6С поочередно, через каждые полпериода, практически закорачивают одно из сопротивлений делителя, чем уничтожают переменное смещение на управляющих сетках ламп рабочей группы.

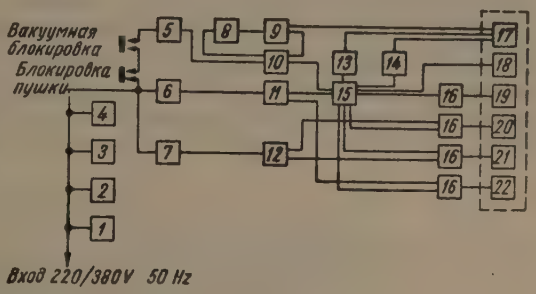


Рис. 1. Блочная схема питающего устройства электронного микроскопа УЭМБ-100: *1* — мотор ротационного насоса, *2* — печь диффузионного насоса, *3* — манометр, *4* — трансформатор Тесла, *5*, *6* и *7* — феррорезонансные стабилизаторы № 3, № 2, № 1, соответственно, *8* — высоковольтный выпрямитель, *9* — высоковольтный фильтр, *10* — электронный стабилизатор высокого напряжения, *11* и *12* — выпрямители 2 и 1, соответственно, *13* — высокочастотный генератор накала, *14* — высокочастотный генератор смещения, *15* — электронный стабилизатор низкого напряжения, *16* — электронный стабилизатор тока, *17* — электронная пушка, *18* и *19* — конденсоры 1 и 2, соответственно, *20* — объективная линза, *21* — промежуточная линза, *22* — проекционная линза

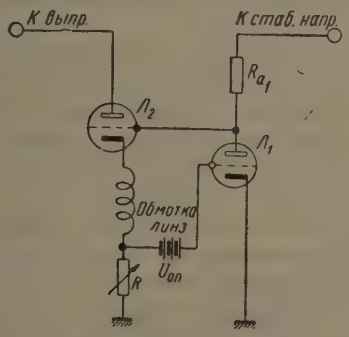


Рис. 2. Принципиальная схема стабилизатора тока

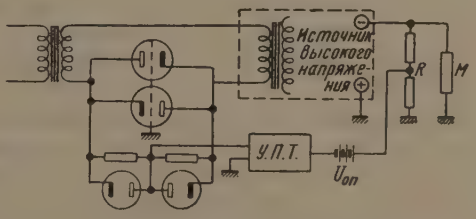


Рис. 3. Принципиальная схема стабилизатора высокого напряжения

Сам источник высокого напряжения собран по однополупериодной схеме удвоения напряжения с однозвенным фильтром, размещенным конструктивно отдельно от выпрямителя. Как показали проведенные нами специальные исследования, такая система дает значительно меньший уровень пульсаций в условиях режима малых токов нагрузки, в которых работают высоковольтные источники электронных микроскопов. В данном источнике пульсации высокого напряжения не превышают 0,001% при полной нагрузке. В отличие от других питающих устройств в новой модели вместо высоковольтных кенотронов применены селеновые вентили.

Микроскоп УЭМБ-100 имеет закрытый («бронированный») ввод высокого напряжения в электронную пушку. В связи с этим новое питающее устройство имеет ряд особенностей. С переходом на закрытый ввод высокого напряжения источник накала и смещения, а также ограничивающие (выходные) сопротивления источника высокого напряжения необходимо размещать в баке фильтра до высоковольтного кабеля, а не после него, как это делалось до сих пор, при открытых конструкциях пушки. Удаление этих элементов и перенесение их на другой конец кабеля повлекли за собой ряд дополнительных трудностей. Так, перенос

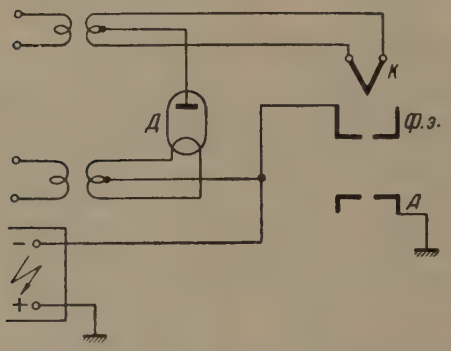


Рис. 4. Схема получения напряжения смещения

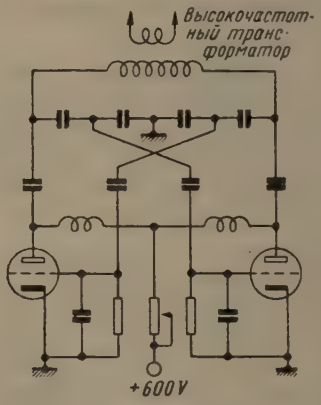


Рис. 5. Принципиальная схема генератора накала пушки

выходных ограничивающих сопротивлений обусловил возникновение жестких разрядов емкости кабеля, не ограниченной теперь от пушки никакими сопротивлениями. Эти разряды возникают прежде всего в пушке. Жесткие разряды приводят к кратковременным, но большим перенапряжениям, достигающим, очевидно, 2—3-кратной величины рабочего напряжения, что значительно повышает требования к изоляции высоковольтных элементов.

Переход на закрытую пушку потребовал создания нового источника смещения, также расположенного в баке фильтра с дистанционным управлением. Удачное решение этого вопроса было дано в микроскопе Эльмископ-I [3]. На рис. 4 показана принципиальная схема источника, построенного по тому же принципу и примененного в микроскопе УЭМБ-100.

В цепь высокого напряжения включается диод *Д*. Ток эмиссии катода *К*, проходя через диод, создает напряжение, приложенное между катодом и фокусирующим электродом *Ф. э.* и пропорциональное току и сопротивлению диода. Сопротивление диода, а следовательно, и напряжение смещения, плавно регулируется путем изменения накала катода диода. В качестве диода использован диод 2Д9С с вольфрамовым катодом. Катод диода накаливается токами высокой частоты порядка 30 kHz от лампового генератора. Напряжение смещения регулируется плавно с пульта управления путем изменения анодного напряжения генераторной лампы. Накал катода электронной пушки осуществляется токами высокой частоты.

Передача высокочастотного тока накала через кабель с резиновой изоляцией длиной 6—7 м сопряжена со значительными потерями. Ввиду этого мощность генератора накала в микроскопе УЭМБ-100 увеличена вдвое по сравнению с микроскопом УЭМ-100. Генератор собран по двухтактной схеме с емкостной связью (рис. 5). Частота тока накала — около 55 kHz.

2. Конструкция

До сих пор во всех отечественных электронных микроскопах питающее устройство размещалось внутри стенда самого прибора и конструкция блоков приспосабливалась к формам стенда. Поскольку питающие устройства различных моделей современных 100 kV-ных электронных микроскопов и электронографов имеют много общего, расчет схемы и конструирование блоков были подчинены цели создания ряда типовых узлов, одинаково пригодных для любого 100 kV-ного микроскопа или электронографа. При конструктивном разделении стенда прибора и питающего устройства это становится особенно целесообразным. Питающее устройство нового микроскопа полностью вынесено из стенда. Блоки его размещены в специальном шкафу, устанавливаемом отдельно от микроскопа. Здесь же внизу устанавливаются три электромагнитных стабилизатора.

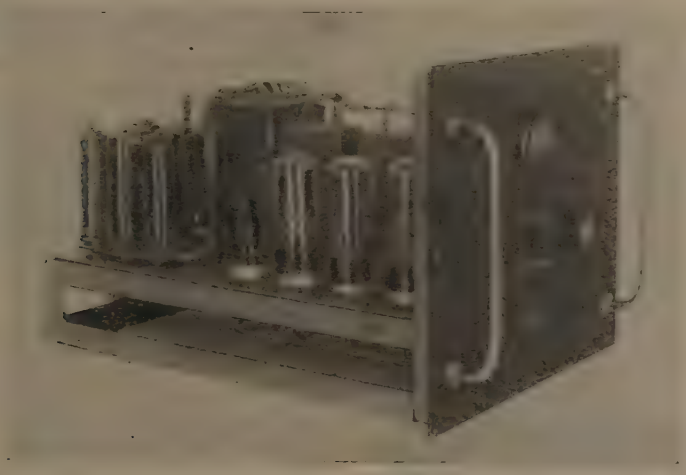


Рис. 6. Внешний вид одного из блоков питающего устройства

В шкафу помещаются шесть блоков, смонтированных на типовых шасси (рис. 6). Высоковольтные выпрямители и фильтр смонтированы отдельно в двух металлических баках, залитых трансформаторным маслом. Блоки соединяются между собой гибкими кабелями, оканчивающимися штепсельными разъемами.

Управление питающим устройством производится с пультов управления, расположенных на стенде по обе стороны колонны. Конструкция питающего устройства микроскопа УЭМБ-100 резко отличается от всех предшествующих.

Конструкцию питающего устройства микроскопа УЭМБ-100 можно считать перспективной в том смысле, что она может быть взята за основу при разработке новых моделей 100 kV-ных микроскопов и электронографов.

Цитированная литература

1. Leisegang S., Optik, 11, *2*, 51 (1954).
2. Поливанов В. В., Диссертация.— Москва, 1953.
3. Ruska E., Wolff O., Z. wiss. Mikrosk., 62, *3*, 465 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. И. МИЛЮТИН, Д. В. ФЕТИСОВ, К. К. РАСПЛЕТИН,
Ф. У. СПЕКТОР и Б. И. ПОЧТАРЕВ

МАЛОГАБАРИТНЫЕ ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИЕ МИКРОСКОПЫ

Введение

Выпускаемые нашей промышленностью современные электронные микроскопы (ЭМ-3, УЭМ-100) являются сложными и дорогими приборами, нуждающимися для их обслуживания в высококвалифицированных работниках. Это является большим препятствием для широкого распространения электронных микроскопов в различных научных и учебных учреждениях. Поэтому задача построения простого, доступного для широкого потребителя, электронного микроскопа весьма актуальна.

Нами была предпринята попытка создания такого микроскопа, основанного на использовании электростатических линз. Применение электростатической оптики дает принципиальные возможности упрощения и удешевления микроскопа, так как в этом случае отсутствуют специальные стабилизованные источники питания электронных линз и понижаются требования к стабильности высоковольтного питающего устройства. Кроме того, конструктивное оформление электростатических линз проще, чем линз магнитного микроскопа.

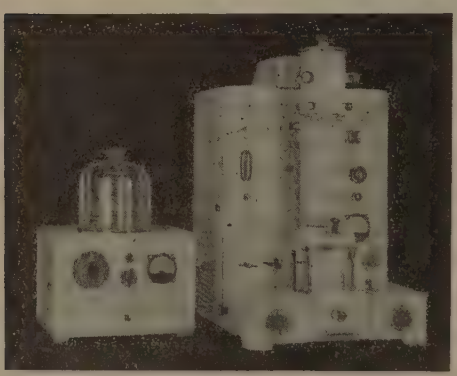


Рис. 1. Настольный электронный микроскоп с приставкой для препарирования

Некоторое ухудшение разрешающей способности, сопутствующее упрощению, не играет существенного значения для целого ряда областей исследования. Например, для многочисленных металлографических исследований (изучение сравнительно грубых структур травления, обнаружение различных включений и т. д.) вполне достаточным является разрешение порядка 50—70 Å.

Приборы с таким разрешением могут быть широко использованы в целом ряде заводских лабораторий и в вузах для научных и учебных целей. В этих случаях простота устройства прибора, надежность его работы и небольшая стоимость имеют решающее значение.

Для решения этой задачи нами было разработано несколько вариантов малогабаритного прибора, использующего электростатическую оптику.

На рис. 1 показан настольный электронный микроскоп на 40 kV вместе с приставкой для препарирования объектов, для откачки которой используется вакуумная установка микроскопа. Его фокусирующая система состоит из двух одиночных линз, обеспечивающих увеличение в пределах 1200÷5600×. Разрешение микроскопа 70—80 Å. Объект вводится в колонну при помощи простого шлюзового устройства.

В последнее время нами разработан более совершенный малогабаритный электростатический микроскоп МЭСМ-45, подготовленный для се-

рийного промышленного производства. Ниже дается краткое описание этой последней модели. Основные характеристики этого микроскопа приведены ранее [1].

1. Общие характеристики прибора

Внешний вид прибора показан на рис. 2. Он состоит из двух агрегатов: собственно микроскопа с питающим устройством (справа) и вакуумной установки (слева). Вакуумная установка представляет собой самостоятельный агрегат и может быть использована независимо, как пост для вакуумного распыления. Габариты микроскопа вместе с вакуумной установкой 700 ×900×1400 мм.

Осветительная система микроскопа содержит трехэлектродную пушку с коническим фокусирующим электродом и механизм осветительной диафрагмы, который позволяет отводить диафрагму с пути луча в процессе юстировки.

Юстировка осуществляется перемещением катода с фокусирующим электродом и корпуса пушки в плоскости, перпендикулярной оптической оси. Рабочий ток микроскопа составляет 25—30 μA.

Столик объектов представляет собой подвижный круглый диск, расположенный непосредственно над объективом. В столике имеется паз, в котором перемещается каретка с пятью патрончиками для объектов. Для получения стереоснимков используется специальная каретка, позволяющая наклонять объект на угол ±5°.

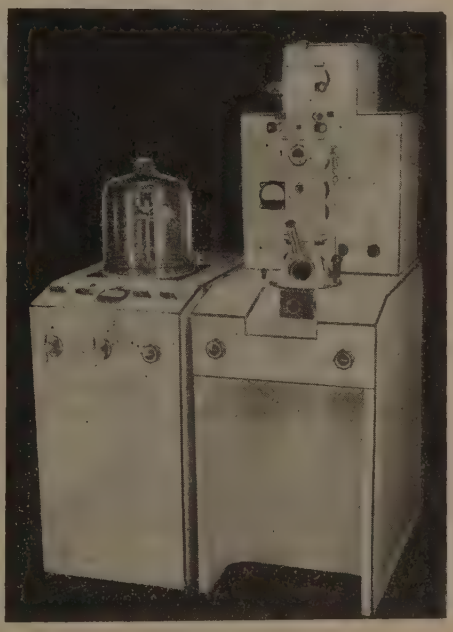


Рис. 2. Общий вид микроскопа МЭСМ-45

Линзовый блок, состоящий из трех линз, размещается ниже столика объектов. Линзы укрепляются в специальном, обработанном с большой точностью, цилиндре. Применение трех линз вместо двух позволило сократить длину колонны и расширить диапазон увеличений микроскопа.

Конструкция линзы приведена на рис. 3. Корпус линзы выполнен в виде металлического стакана, на дне которого установлены нижний электрод и изолятор со средним электродом. Верхний электрод линзы укрепляется на верхней части стакана. Все электроды юстируются при помощи оптического микроскопа относительно оси корпуса [2]. Цилиндр

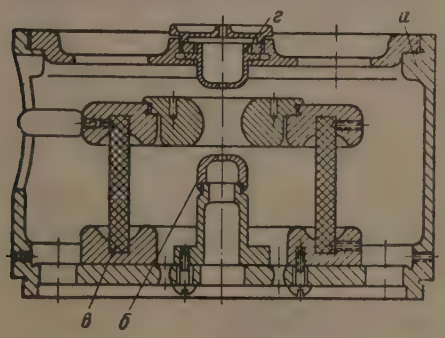


Рис. 3. Электростатическая линза: *а* — корпус линзы, *б* — нижний электрод, *в* — изолятор среднего электрода, *г* — верхний электрод

вместе с размещенными в нем линзами может легко выниматься из колонны микроскопа.

Тубус наблюдения и фотокамера, расположенные ниже линзового блока, обеспечивают наблюдение и фотографирование изображения. Для

наблюдения изображения имеются три окна и специальная лупа с увеличением 5×. В фотокамере, являющейся основанием колонны микроскопа, размещен флуоресцирующий экран и фотомагазин с десятью кассетами для пластинок размером 4,5×6 см. Экспонирование фотопластинок производится поднятием экрана.

2. Вакуумная установка

Как было сказано выше, вакуумная система микроскопа служит также и для откачки приставки для препарирования объектов. Она состоит из механического насоса (ВН-461), диффузионного насоса ММ-40-А и клапанного переключателя, осуществляющего коммутацию вакуумных каналов. Вакуумная установка при помощи специального крана может подключаться либо к колонне микроскопа, либо к колоколу приставки для препарирования. Внутри колокола смонтировано специальное приспособление для крепления нагревателей и объектов.

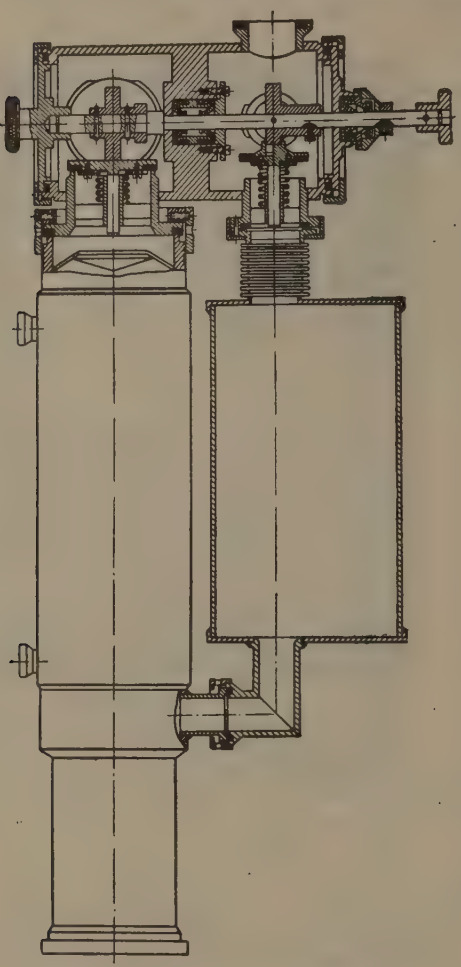


Рис. 4. Вакуумная система

В стенде вакуумной установки имеется приспособление для точечной сварки, применяемой главным образом для приваривания нитей катодов микроскопа.

Конструкция вакуумного переключателя позволяет производить все вакуумные переключения вращением одной рукоятки (форвакуумную откачку колонны, откачку на высокий вакуум, напуск воздуха в колонну, отключение колонны от вакуумной системы).

Переключатель представляет собой цилиндрическую камеру, разделенную на два отсека (рис. 4). В стенки камеры впаяны клапанные устройства, которые приводятся в действие кулачками, расположенными на рабочем валу.

К одному отсеку присоединены трубопроводы к механическому насосу и к выходу диффузионного насоса, а также патрубок, соединяющий этот отсек с другим. К другому отсеку присоединены: откачиваемый объем, диффузионный насос и клапан впуска воздуха.

Откачная система микроскопа позволяет получить вакуум порядка 10^{-4} мм рт. ст. Давление в колонне оценивается при помощи разрядной трубки, питаемой трансформатором Тесла.

3. Электрическая схема микроскопа

Принципиальная схема электропитания микроскопа показана на рис. 5. Высокое напряжение на пушку и линзы микроскопа подается от высоковольтного выпрямителя на 50 kV, собранного по схеме удвоения на селеновых вентилях. Выпрямитель имеет одноячеечный реостатно-емкостный

фильтр, который обеспечивает достаточно хорошее сглаживание напряжения. При токе 100 μA пульсации напряжения не превышают 0,005%.

Накал катода микроскопа осуществляется от выпрямителя, использующего также селеновые вентили, включенные по мостовой схеме. Фильтр этого выпрямителя дроссельно-конденсаторный. Пульсации напряжения накала не превышают 0,1%.

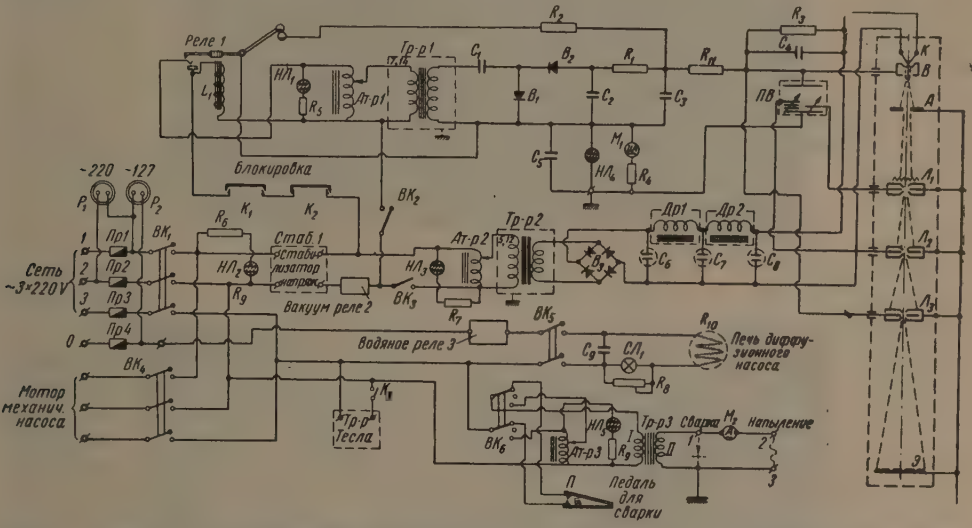


Рис. 5. Схема электропитания микроскопа: *К* — катод, *В* — цилиндр Венельта, *А* — анод, *Л*$_1$ — объектив, *Л*$_2$ — промежуточная линза, *Л*$_3$ — проекционная линза, *Э* — экран

Оба выпрямителя смонтированы на специальном металлическом шасси, размещенном в железном баке размером 300×320×400 мм. Для уменьшения влияния различных наводок узлы выпрямителей размещены в отдельных отсеках, хорошо экранированных друг от друга. Для регулировки потенциалов объективной и промежуточной линз используется специальный масляный делитель напряжения. Он представляет собой коробку из органического стекла, заполненную касторовым маслом, внутри которой размещена система пластин. К крайним пластинам подводится полное напряжение от выпрямителя. Между пластинами расположены: в одной половине — подвижная пластина, в другой половине — четыре неподвижные пластины. С подвижной пластины снимается плавно изменяющееся напряжение на объектив, с неподвижных — напряжение, изменяющееся ступенями, на промежуточную линзу.

5. Применения микроскопа

Описанные здесь малогабаритные электростатические микроскопы могут быть применены для исследования самых разнообразных объектов. В качестве иллюстрации на рис. 6—9 (см. следующую страницу) приводятся микрофотографии различных объектов на просвет, а также эмиссионные и дифракционные изображения.

В заключение авторы приносят глубокую благодарность Ю. М. Кушниру за ряд ценных советов и постоянный интерес к работе.

Цитированная литература

1. Милютин В. И., Фетисов Д. В., Расплетин К. К., Спектор Ф. У. и Почтарев Б. И., Заводская лаборатория, *1*, 92 (1958).
2. Фетисов Д. В., Милютин В. И., Радиотехника и электроника, 2, *5*, 653 (1957).

Рис. 6. Перлит. Увел. 15 000×

Рис. 7. Бактерии Mycoides (почвенные). Увел. 15 000×

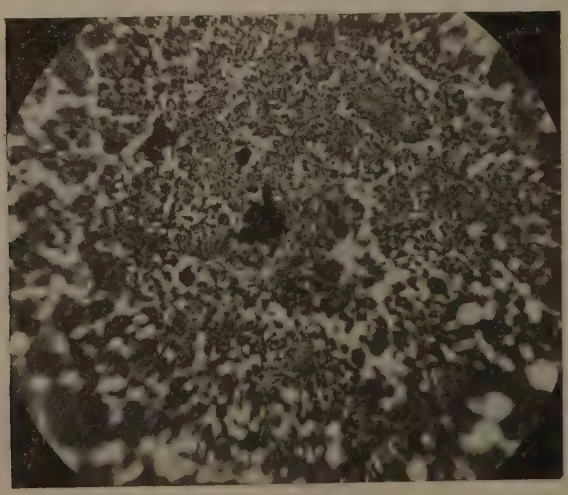


Рис. 8. Эмиссионное изображение оксидного катода. Увел. 125×

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. И. КАБАНОВ, В. И. МИЛЮТИН и Д. В. ФЕТИСОВ

ЭЛЕКТРОСТАТИЧЕСКИЙ АНАЛИЗАТОР СКОРОСТЕЙ ЭЛЕКТРОНОВ НА 75 kV

Дальнейшее развитие электронной микроскопии и расширение области ее применения тесно связано с изучением процессов рассеяния электронов в электронномикроскопических объектах. Экспериментальное исследование этих процессов проводится при помощи приборов, измеряющих угловое и энергетическое распределение электронов после их взаимодействия с объектом. К числу таких приборов относятся анализаторы скоростей электронов с электростатической цилиндрической линзой.

Благодаря простой технике измерения углового и энергетического распределения электронов и высокой хроматической разрешающей способности анализаторы этого типа особенно удобно использовать применительно к задачам электронной микроскопии.

Однако существующие анализаторы обладают рядом недостатков, из которых главным является сравнительно низкое ускоряющее напряжение порядка 35—40 kV. Ясно, что, поскольку в электронных микроскопах используется ускоряющее напряжение 75 kV и выше, представляет интерес создание анализатора на это же напряжение.

Основная трудность при решении этой задачи — изоляция среднего электрода цилиндрической электростатической линзы на напряжение 75 kV. Нам удалось преодолеть эту трудность и построить анализатор с электростатической линзой, который позволяет исследовать пучки электронов с энергией 75 keV.

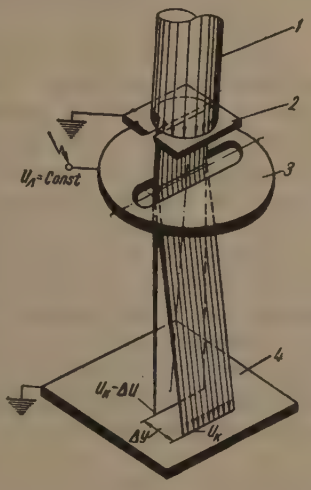


Рис. 1. Схема линзы-анализатора: *1* — пучок электронов, *2* — щель, *3* — средний электрод линзы-анализатора, *4* — экран

Иллюстрирующая работу анализатора схема представлена на рис. 1. Проходящий через узкую щель моноэнергетический пучок электронов отклоняется внешней областью электростатической линзы с плоской симметрией и на определенном расстоянии от центра экрана отображается в виде узкой полосы (на рисунке показан только средний электрод линзы).

Расстояние щели от оси и соотношение потенциалов на линзе ($U_л$) и катоде ($U_к$) выбраны так, что изменение ускоряющего напряжения $U_к$ на малую величину ΔU вызывает сдвиг изображения щели на величину ΔY. Если сквозь щель проходит пучок электронов с различными скоростями, то изображение щели будет представлять собой искомый энергетический спектр электронов.

Дисперсия линзы, равная отношению $\delta = \Delta Y / \Delta U$, обратно пропорциональна величине ускоряющего напряжения. Для того чтобы обеспечить

величину дисперсии порядка 0,2 мм V^{-1} при ускоряющем напряжении 75 kV, геометрические параметры линзы выбраны так, чтобы при $U_л = U_к$ линза работала во второй рабочей области. При этом наблюдается линейная зависимость отклонения электронов от изменения их скорости в интервале $U_к$ — 80 eV.

Зависимость оптической силы линзы от соотношения потенциалов на линзе и катоде $R = (U_к - U_л)/U_к$ (в %) и ее геометрические размеры представлены на рис. 2. Рабочий режим линзы соответствует нулевому значению R.

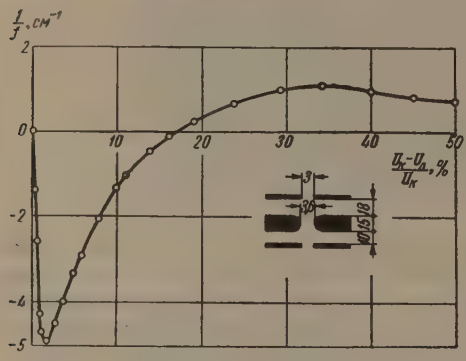


Рис. 2. Характеристика оптической силы линзы-анализатора

Принципиальная схема анализатора приведена на рис. 3. Электронный пучок, создаваемый пушкой, проходит через электростатический конденсор, при помощи которого регулируется угловая апертура, и попадает на объект. Теневое изображение объекта или электронограмма проектируется в плоскость промежуточной фотокамеры и фотографируется на фотопластинки, расположенные в подвижном фотомагазине.

Часть электронов пучка, участвовавшего в формировании теневого изображения или электронограммы, вырезается щелью и разлагается линзой-анализатором в спектр скоростей, который регистрируется либо на фотопластинке, либо при помощи цилиндра Фарадея.

Бронированные вводы напряжения в пушку и линзы обеспечивают стабильную работу прибора независимо от метеорологических условий.

Накал катода осуществляется от выпрямителя промышленной частоты. Влияние пульсаций напряжения этого выпрямителя на качество изображения щели уменьшается при помощи конденсатора $C_1 = 1\ \mu F$, подключенного параллельно сопротивлению смещения R_1.

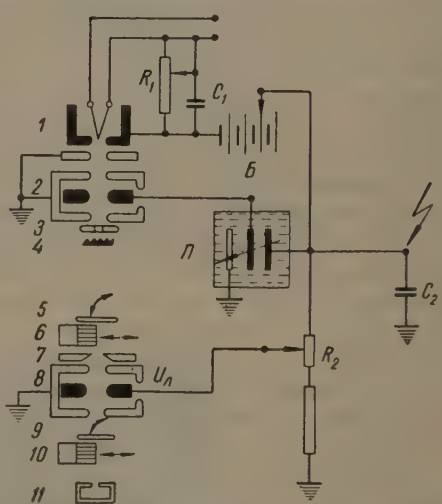


Рис. 3. Принципиальная схема анализатора: *1* — электронная пушка, *2*—конденсор, *3* — осветительная диафрагма, *4* — объект, *5* — экран, *6* — промежуточная фотокамера, *7* — щель, *8* — линза-анализатор, *9* — конечный экран, *10* — фотокамера, *11* — цилиндр Фарадея

Влияние пульсаций напряжения высоковольтного выпрямителя устраняется введением дополнительного конденсаторного фильтра $C_2 = 0{,}18\ \mu F$.

Изменение оптической силы конденсорной линзы, а следовательно, и угловой апертуры электронного пучка, в широких пределах достигается регулировкой потенциала среднего электрода конденсорной линзы при помощи масляного делителя напряжения $П$.

Потенциал на среднем электроде линзы-анализатора относительно катода изменяется в пределах $0 \div 400$ V омическим делителем напряжения R_2. Для калибровки линзы-анализатора в цепь катода включена батарея $Б$ с отводами по 5 и 10 V.

Мощная вакуумная система обеспечивает давление в колонне анализатора порядка $3—5 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. за 20—30 мин откачки.

На рис. 4,*а* (см. вклейку II к стр. 458) приведен энергетический спектр электронов, прошедших через тонкую пленку золота, а на рис. 4,*б* — электронограмма, полученная при ускоряющем напряжении 75 kV.

Разрешающая способность анализатора составляет величину порядка 75 000 : 1.

Подробное описание конструкции прибора, который также может быть использован в качестве электростатического микроскопа на 75 kV и электронографа, будет дано позднее.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Б. И. ПОЧТАРЕВ, К. К. РАСПЛЕТИН и Д. В. ФЕТИСОВ

ПРИБОР ДЛЯ ИЗМЕРЕНИЯ РАЗРЕШАЮЩЕЙ СПОСОБНОСТИ И СВЕТООТДАЧИ ФЛУОРЕСЦИРУЮЩИХ ЭКРАНОВ (ПРС)

Введение

Одной из наиболее существенных характеристик технических катодолюминофоров является их разрешающая способность (разрешение), определяемая наименьшим расстоянием между двумя точками или линиями изображения, которые могут быть видимы на экране раздельно.

Не менее важным параметром люминофора при количественной оценке люминесцентного излучения является величина светоотдачи, которая обычно характеризуется отношением силы света экрана к мощности, расходуемой на его возбуждение [1].

Рис. 1. Общий вид прибора ПРС

Значительный интерес представляет также исследование спектрального состава излучения, так как он определяет цвет люминесцентного свечения и, тем самым, область практического применения катодолюминофора. Решение этих задач требует создания специальной аппаратуры.

В настоящей статье описывается прибор ПРС, предназначенный для определения разрешающей способности, измерения светоотдачи и

исследования спектрального состава излучения флуоресцирующих экранов на просвет с ускоряющим напряжением в интервале 5÷30 kV (рис. 1).

Разрешающая способность прибора превышает 500 штрихов на 1 мм.

Ток возбуждения экранов при измерении светоотдачи регулируется в пределах $2 \cdot 10^{-8} \div 10^{-6}$ А при средней нестабильности 2% за время измерения 1 мин.

Прибор позволяет также визуально изучать светящуюся поверхность исследуемых экранов при увеличении 20÷40×.

В измерительную камеру одновременно закладывается от 8 до 30 образцов изделий, которые заменяются при измерениях без нарушения вакуума.

Габариты прибора (без насоса) — 80×120×95 см, потребляемая мощность — около 2 kW.

Принцип работы прибора

Измерение разрешения флуоресцирующих экранов

В приборе ПРС разрешение экранов измеряется методом, предложенным А. А. Лебедевым. Этот метод основан на измерении уменьшенного (при помощи электростатической электронной линзы) изображения мелкоструктурной металлической сетки, проектируемой на исследуемый экран.

Принципиальная схема измерения представлена на рис. 2.

Электронный пучок, создаваемый электронной пушкой *6*, падает на тонкую металлическую сеточку *4*. На пути пучка установлена ограничительная диафрагма *5*. Теневое изображение сеточки проектируется симметричной электростатической линзой *3* на исследуемый экран *2* и измеряется оптическим микроскопом *1*.

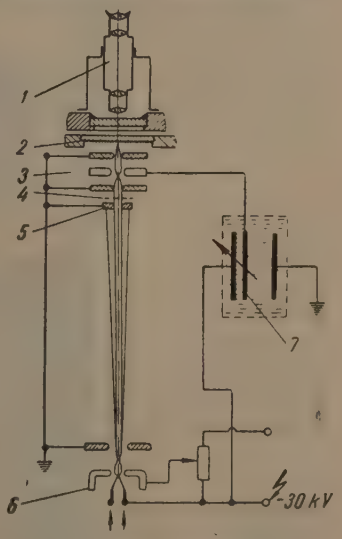


Рис. 2. Схема измерения разрешения: *1* — оптический микроскоп, *2* — исследуемый экран, *3* — электростатическая линза, *4* — металлическая сеточка, *5* — диафрагма, *6* — электронная пушка, *7* — масляный делитель

Линза состоит из трех диафрагм (электродов), крайние из которых заземлены, а на среднюю подается регулируемое высокое напряжение, снимаемое с масляного делителя *7*.

Использование электростатической линзы обеспечивает высокое разрешение самого прибора и сильно упрощает методику измерения, так как электростатическая оптика, в отличие от магнитной, обеспечивает постоянство размеров изображения при различных ускоряющих напряжениях. Кроме того, отсутствие вращения изображения при изменении ускоряющего напряжения или оптической силы линзы, как это имеет место в магнитных линзах, значительно облегчает процесс измерения.

Разрешение экрана вычисляется из соотношения

$$N = \frac{n}{Kd} \text{ штрих мм}^{-1},$$

где N — разрешение экрана, n — число видимых ячеек изображения пятна по его диаметру, K — цена деления окулярной шкалы измерительной

ного микроскопа, d — наименьший размер диаметра пятна изображения сеточки на экране в делениях окулярной шкалы.

Измерение светоотдачи

В приборе ПРС возбуждение исследуемых экранов осуществляется неподвижным электронным пучком равномерной интенсивности (рис. 3), который создается двуханодной электронной пушкой *3* и электростатической линзой *6*. Ограниченный диафрагмой первого анода *7*, пучок электронов ускоряется до полного рабочего напряжения в области второго анода, роль которого выполняет нижний электрод электростатической линзы *2*, и, проходя через линзу, создает на испытуемом экране *4* пятно равномерной интенсивности. Размер пятна на экране ограничивается диафрагмой *5*.

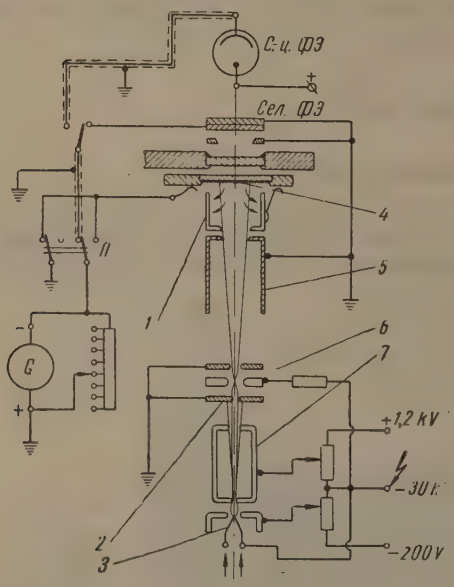


Рис. 3. Схема измерения светоотдачи: *1* — коллектор, *2* — нижний электрод электростатической линзы, *3* — электронная пушка, *4* — исследуемый экран, *5* — диафрагма, *6* — верхний электрод электростатической линзы, *7* — первый анод

Полный ток возбуждения экрана измеряется микроамперметром G типа М-95; вторичные электроны улавливаются коллектором *1*. Измерение светового потока с экрана осуществляется селеновым, коррегированным под кривую чувствительности глаза, или сурьмяно-цезиевым фотоэлементами. Ток фотоэлемента измеряется также прибором G.

Светоотдача испытуемого экрана вычисляется из соотношения

$$\gamma = C \frac{n_x}{UIn_{\text{гр}}} \text{ свеча } W^{-1},$$

где U — ускоряющее напряжение (в V), I — сила тока возбуждающего пучка (в А), n_x — отсчет тока по микроамперметру М-95 в делениях при измерении фотоэлементом светового потока от измеряемого экрана, $n_{\text{гр}}$ — отсчет тока по микроамперметру М-95 в делениях при измерении фотоэлементом светового потока от контрольной лампы, C — постоянная прибора (в свечах), зависящая от силы света градуировочной эталонной лампы, коэффициентов пропускания светофильтров и расстояний фотоэлемента до градуировочной лампы и до экрана.

Измерение светоотдачи люминофоров, излучающих синий свет, производится сурьмяно-цезиевым фотоэлементом. В этом случае светоотдача определяется сравнением с эталонным экраном.

Конструктивное оформление прибора ПРС

Прибор ПРС состоит из следующих основных узлов: измерительной камеры, питающего устройства, вакуумной системы и пульта управления. Все эти узлы, кроме механического насоса ВН-2, расположены в общем стенде.

Измерительная камера (рис. 4) имеет форму цилиндра с открывающейся крышкой *2*. В центре камеры имеется вал с рукояткой *3*, на который устанавливаются сменные диски *5* с гнездами для измеряемых экранов. Такое устройство обеспечивает быстрый просмотр и измерение большой партии экранов, нанесенных на плоские стекла или стаканчики любой формы.

Рис. 9. Электронограмма серебра

К докл. А. Н. Кабанова, В. И. Милютина и Д. В. Фетисова (стр. 459—461)

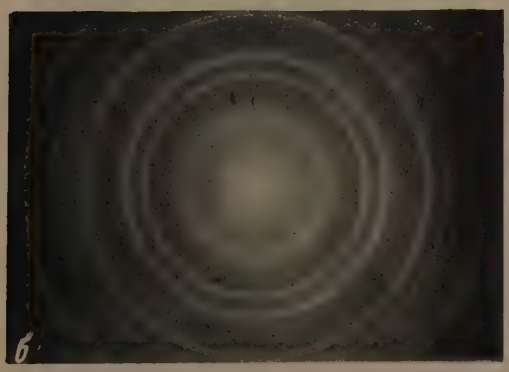


Рис. 4. *а* — Энергетический спектр электронов, прошедших сквозь пленку золота, $U_к = 75$ kV; *б* — электронограмма исследуемой пленки золота, $U_к = 75$ kV

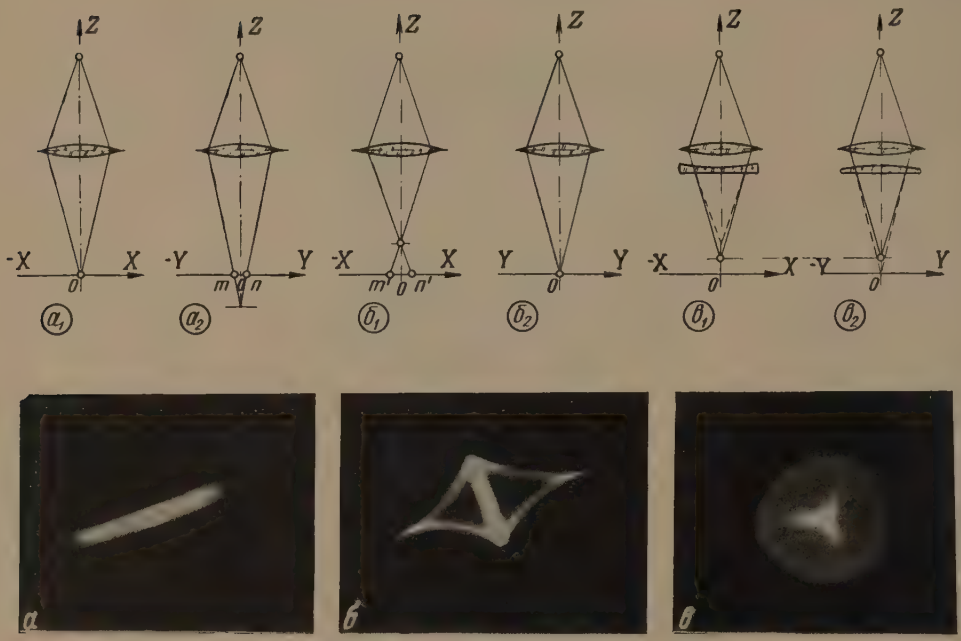


Рис. 2. Компенсация астигматизма второго конденсора стигматором

Рис. 4. Фотография пучка при включенном (справа) и выключенном (слева) стигматоре второго конденсора

В нижней части камеры расположены две электронные пушки (*6* и *7*). Пушка *6* служит для создания равномерного пятна засветки на экране; пушка *7* используется в качестве источника электронов для измерения разрешения.

На крышке камеры установлен микроскоп *4* с делительной шкалой для измерения разрешения и приставка с селеновым фотоэлементом для измерения светоотдачи, которая может заменяться телескопической лупой *1* или сурьмяно-цезиевым фотоэлементом.

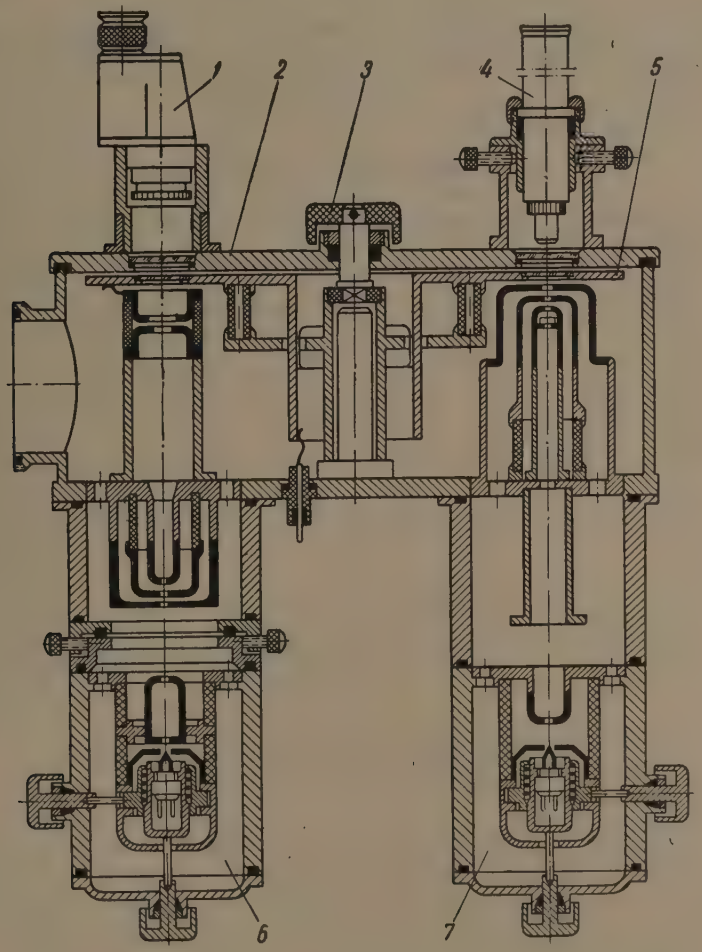


Рис. 4. Измерительная камера прибора ПРС: *1* — телескопическая лупа, *2* — крышка, *3* — рукоятка вала для дисков, *4* — микроскоп с делительной шкалой, *5* — диск для измеряемых экранов, *6* и *7* — электронные пушки

Питающее устройство смонтировано внутри стенда прибора и состоит из блоков: высоковольтного выпрямителя с плавной регулировкой напряжения до 30 kV; выпрямителя для накала катода осветительных устройств; выпрямителя на 1,2 kV для питания первого анода и жидкостного делителя с плавной регулировкой напряжения для питания линз.

Вакуумная система прибора содержит диффузионный масляный насос со скоростью откачки 200 лсек$^{-1}$, механический насос ВН-2 и клапанный переключатель, который обеспечивает необходимую коммутацию откачных каналов при помощи одной рукоятки.

Заключение

Использование прибора ПРС для исследования свойств катодолюминофоров значительно облегчает и повышает эффективность контроля их основных параметров: разрешения, яркости свечения, светоотдачи и спектрального состава излучения.

Высокая производительность прибора позволяет использовать его не только для исследовательских целей, но и для производственного контроля и отбраковки изделий различной конфигурации. В этом случае для каждого типа изделий изготовляются специальные сменные диски с соответствующими установочными гнездами.

В заключение авторы приносят благодарность Ю. М. Кушниру, а также В. И. Милютину и Е. С. Ратнеру за ряд ценных указаний и помощь при разработке и внедрении приборов ПРС.

Цитированная литература

1. Москвин А. В., Катодолюминесценция, ч. I и II.— ГИТТЛ, М., 1948.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

П. А. СТОЯНОВ

К КОМПЕНСАЦИИ ПРИОСЕВОГО АСТИГМАТИЗМА В ЛИНЗАХ МНОГОЛИНЗОВОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА

Линзы электронных микроскопов обладают аберрациями, ухудшающими качество изображения. Наиболее существенное влияние имеют сферическая аберрация и, в особенности, приосевой астигматизм, обусловленный отсутствием строгой осевой симметрии фокусирующего поля линзы. В течение ряда лет для повышения разрешающей способности электронного микроскопа разрабатывались методы компенсации приосевого астигматизма объективной линзы. В последнее время, в связи с применением дополнительных линз, таких как второй объектив, второй конденсор, промежуточная линза и т. п., возникла необходимость в разработке методов компенсации приосевого астигматизма также и в некоторых из этих линз. В частности, это относится ко второму конденсору и промежуточной линзе, так как приосевой астигматизм ограничивает возможности их применения.

Ниже рассматриваются некоторые вопросы коррекции приосевого астигматизма слабых и сильных линз при помощи магнитной цилиндрической линзы.

Принцип действия, положенный в основу конструкции такой линзы, нами применялся при разработке стигматора к объективу магнитного электронного микроскопа УЭМБ-100. Поскольку он уже был описан [1], мы останавливаться на нем не будем.

Коррекция астигматизма длиннофокусной линзы двухлинзового конденсора

Двухлинзовый конденсор предназначен для уменьшения и регулировки диаметра зоны облучения объекта электронным пучком. Он состоит из короткофокусной и длиннофокусной линз. Первая, короткофокусная, линза создает уменьшенное изображение источника электронов (рис. 1). Вторая линза переносит это изображение почти без увеличения на плоскость объекта. При работе двухлинзового конденсора плотность тока на объекте, отнесенная к единице телесного угла, сохраняется неизменной только в том случае, если влияние аберраций линз конденсора невелико. Аберрации, и в первую очередь приосевой астигматизм длиннофокусного конденсора, снижают плотность тока на объекте. Очевидно, что вредное влияние приосевого астигматизма сказывается только тогда, когда размер аберрационной фигуры, отнесенный к плоскости предмета длиннофокусной линзы, превышает размер самого «предмета», в данном случае размер уменьшенного изображения источника электронов в плоскости *аа* рис. 1. Это влияние будет тем заметнее, чем значительнее разница между размерами аберрационной фигуры и изображаемого предмета.

Величину приосевого астигматизма характеризуют астигматической разностью фокусных расстояний линз Δf_a. Последняя, как известно, равна разности максимального и минимального фокусных расстояний, соответ-

ствующих двум взаимно перпендикулярным меридиональным плоскостям (плоскости XOZ и YOZ на рис. 2). Экстремальные точки фокуса совпадают с вершинами двух оболочек, образующих каустическую поверхность. Вершины лежат также в двух взаимно перпендикулярных плоскостях. На фотографиях рис. 2, *а* и *б* (внизу) (см. оборот вклейки II к стр. 459) приведены изображения этих вершин каустики до устранения приосевого астигматизма.

Величину Δf_a можно вычислить по замеренной экспериментально астигматической разности токов линзы ΔI_a [2]. В случае слабой линзы:

$$\frac{\Delta f_a}{f} = \frac{2\Delta I_a}{I}. \qquad (1)$$

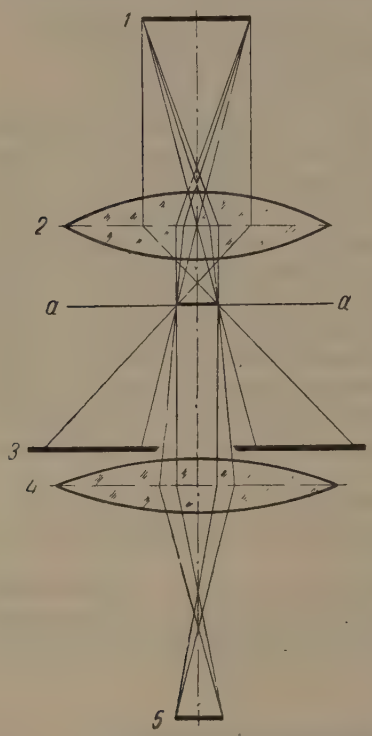


Рис. 1. Схема работы двухлинзового конденсора: *1* — источник электронов, *2* —1-я конденсорная линза, *3* — диафрагма, *4* — 2-я конденсорная линза, *5* — изображение источника электронов в плоскости обьектов

Величина ΔI_a равна разности токов, при которых получаются изображения обеих вершин оболочек каустической поверхности. Значения токов конденсора были замерены на микроскопе УЭМБ-100.

Вычислив относительную астигматическую разность токов $\Delta I_a/I = 2(I_{max} - I_{min})/(I_{max} + I_{min})$, мы нашли, что $\Delta f_a/f = 7{,}4 \cdot 10^{-3}$, а фокусное расстояние f длиннофокусного конденсора микроскопа УЭМБ-100 равно 53 мм. Следовательно, астигматическая разность фокусных расстояний конденсора составляла величину, равную $\Delta f_a = 0{,}39$ мм.

Для устранения приосевого астигматизма в канал полюсного наконечника слабого конденсора микроскопа УЭМБ-100 был вмонтирован стигматор. Его конструкция представлена на рис. 3. Из рисунка видно, что он состоит из двух стигматоров с фиксированной относительно линзы ориентацией. Стигматор *1* находится внутри стигматора *2* и повернут относительно него на 45°. Конструкция каждого из стигматоров в основном сходна с конструкцией стигматора объектива микроскопа УЭМБ-100 [1]. Их токопроводы представляют собой цилиндры с продольными разрезами в двух взаимно перпендикулярных меридиональных плоскостях. Разрезы делят цилиндры на отдельные токопроводы, соединенные перемычками поочередно с обоих концов. Магнитное поле токов (см. схему на рис. 3 слева), протекающих по таким токопроводам, образует, как было нами показано [1], магнитную цилиндрическую линзу.

Действие стигматора двухлинзового конденсора можно наблюдать по изменению формы каустики. Метод настройки стигматора по каустике прост и нагляден. Стигмация легко осуществима даже в том случае, если токи обоих стигматоров изменяются независимо друг от друга. Поэтому стигматор описанной конструкции в двухлинзовом конденсоре был использован без применения так называемой синусной схемы изменения токов стигматоров, которая, как известно, позволяет изменять величину и ориентацию астигматизма независимо друг от друга [3]. На рис. 2 $в_1$ и $в_2$ показана схема работы стигматора, а внизу приведена фотография *в* каустики после устранения приосевого астигматизма длиннофокусного конденсора.

Геометрические параметры обоих стигматоров и токи, при которых приосевой астигматизм был скомпенсирован, следующие:

Внешний стигматор	Внутренний стигматор
$2L = 29$ мм	$2L = 29$ мм
$R_1 = 3{,}4$ мм	$R_1 = 2{,}9$ мм
$R_2 = 3$ мм	$R_2 = 2{,}5$ мм
$I = 33{,}5 \cdot 10^{-3}$ А	$I = 24{,}75 \cdot 10^{-3}$ А
$j = 1{,}77$ А см$^{-2}$	$j = 1{,}99$ А см$^{-2}$
$U = 75$ kV	$U = 75$ kV

Здесь $2L$ — длина стигматора, R_1 и R_2 — соответственно внешний и внутренний радиусы, I — сила тока, j — соответствующая плотность тока, U — ускоряющее напряжение микроскопа, при котором производились измерения.

Астигматическая разность фокусных расстояний (в сантиметрах) Δf, привносимая стигматорами, равна [1]:

$$\Delta f = 0{,}95 f^2 \frac{j}{\sqrt{U}} L \ln \frac{R_1}{R_2}, \qquad (2)$$

если плотность тока выражена в амперах на квадратный сантиметр, ускоряющее напряжение — в вольтах, длина стигматора $2L$ и фокусное расстояние f — в сантиметрах. Если значения параметров каждого из стигматоров подставить в (2), вычислить соответствующие Δf и произвести геометрическое суммирование, то получится, что астигматическая разность фокусных расстояний, вносимая стигматором, равна 0,5 мм. Напомним, что астигматическая разность фокусных расстояний линзы, вычисленная по формуле (1), оказалась равной 0,39 мм. Следовательно, астигматическая разность Δf стигматора, вычисленная согласно (2), превышает действительную величину почти на 30%.

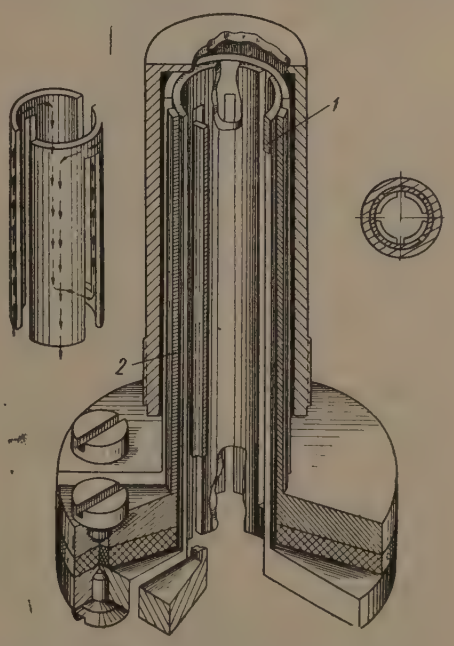


Рис. 3. Стигматор второго конденсора

При выводе (2) мы предположили, что расстояние l от линзы до стигматора пренебрежимо мало по сравнению с расстоянием b от линзы до плоскости изображения. В данном случае это предположение себя не оправдало. Можно показать, что если стигматор (точнее — средняя плоскость стигматора) отстоит на некоторое расстояние l от линзы, то действие стигматора ослабляется, причем коэффициент, на который надо умножить результаты, получаемые из (2), равен $\left(\frac{b-l}{b}\right)^2$. В микроскопе УЭМБ100 $b = 145{,}5$ мм, $l = 20{,}5$ мм и, следовательно, искомый коэффициент равен 0,74. Астигматическая разность фокусных расстояний, вносимая в оптическую систему стигматором с учетом этого коэффициента, равна 0,37 мм. Она почти совпадает с экспериментально измеренной астигматической разностью линзы. Разница между обоими результатами, равная 5%, получилась в результате влияния ферромагнитных стенок полюсного наконечника на магнитное поле стигматора, которое при вычислениях не было учтено.

При помощи стигматора описанной конструкции удалось полностью устранить астигматизм длиннофокусной линзы двухлинзового конденсора и получить пучок на объекте ф 1—2 μ практически без потери интенсивности. На рис. 4 (см. оборот вклейки II к стр. 459) справа приведена фотография такого пучка. Слева для сравнения дана фотография пучка при тех же условиях, но с выключенным стигматором.

Коррекция астигматизма промежуточной линзы

Астигматизм промежуточной линзы ухудшает качество электронограмм при микродифракции. Особенно заметно влияние астигматизма во время наблюдения дифракционной картины со сравнительно больших микроучастков. Применение стигматора в таких случаях может повысить качество микродифракционных снимков.

При рассмотрении вопросов стигмации микродифракционных картин необходимо учесть одну особенность этой проблемы. Искажение масштаба изображения, которое вносится стигматором, должно быть достаточно малым. Если это условие не будет выполнено, форма дифракционных колец исказится.

Проблема искажения масштаба изображения нами была затронута при рассмотрении свойств стигматора объектива микроскопа УЭМБ-100 [1]. Расчет и проверочные эксперименты позволили установить следующую зависимость искажений масштаба от геометрических и электрических параметров микроскопа и стигматора:

$$\frac{\Delta R_0}{R_0} = \frac{\Delta r_0}{r_0} = 0{,}474\, t_1 \frac{b_1 - t_1}{b_1} \cdot \frac{i}{\sqrt{U}} L \ln \frac{R_1}{R_2}, \qquad (3)$$

здесь b_1 — расстояние от задней фокальной плоскости объектива до плоскости изображения в см, t_1 — расстояние от той же плоскости до средней плоскости стигматора в см, r_0 — расстояние от приосевой точки до периферийной точки на объекте (масштаб в плоскости предмета), Δr_0 — максимальное приращение масштаба в плоскости предмета в результате искажения. Остальные величины выражены в тех же единицах, что и раньше. Если в выражении (3) положить $t_1 \ll b_1$, то получится выражение, которое мы приводили раньше.

При выводе (3) предполагалось, что главные лучи пучков электронов каждой точки объекта, формируемых осветительной системой, параллельны оптической оси и, следовательно, после преломления в объективной линзе имеют общую точку пересечения в задней фокальной плоскости объектива (рис. 5). Искажение масштаба является результатом преломления главных лучей в поле стигматора. Угол преломления η пропорционален расстоянию ρ главного луча пучка от оси стигматора в средней плоскости последнего. Чтобы избежать существенного искажения масштаба изображения, необходимо стигматор разместить как можно ближе к месту пересечения главных лучей с оптической осью. В случае объективной линзы таким местом является задняя фокальная плоскость. В случае промежуточной линзы, работающей в режиме микродифракции, таким местом является плоскость селекторной диафрагмы (см. ход лучей, показанный на рис. 6).

Искажение масштаба изображения стигматором промежуточной линзы дается выражением

$$\frac{\Delta r_0}{r_0} = 0{,}474\, t_2 \frac{p + t_2}{p} \cdot \frac{i}{\sqrt{U}} L \ln \frac{R_1}{R_2}; \qquad (4)$$

здесь t_2 — расстояние от селекторной диафрагмы до средней плоскости стигматора, p — расстояние от задней фокальной плоскости объектива (она же плоскость предмета промежуточной линзы) до селекторной диафрагмы (рис. 6).

Селекторная диафрагма обычно располагается почти на середине расстояния между объективной и промежуточной линзами. Рядом с ней, согласно (4), должен быть размещен стигматор. Следовательно, в случае коррекции астигматизма промежуточной линзы стигматор следует раз-

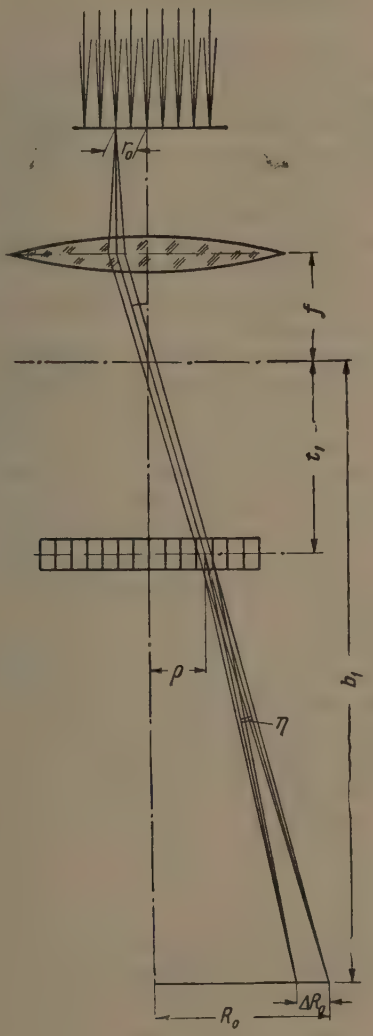


Рис. 5

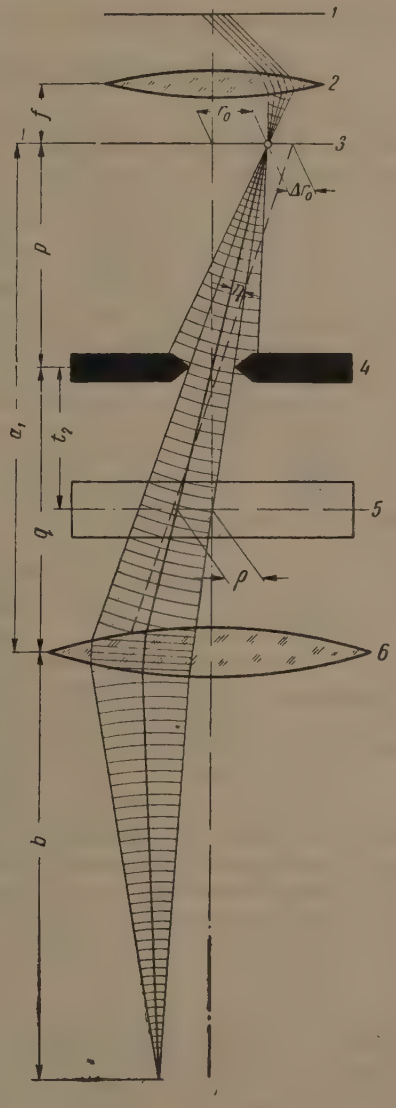


Рис. 6

Рис. 5. Искажение масштаба изображения стигматором объектива

Рис. 6. Искажение масштаба изображения стигматором промежуточной линзы: *1* — объект, *2* — объектив, *3* — фокальная плоскость, *4* — селекторная диафрагма, *5* — стигматор, *6* — промежуточная линза

мещать, во-первых, перед линзой и, во-вторых, на значительном от нее расстоянии. Очевидно, что оптическая сила стигматора при этом ослабеет. Выражение для астигматической разности фокусных расстояний, привносимой стигматором промежуточной линзы, записывается следующим образом:

$$\Delta f = 0{,}95 \left(\frac{p + t_2}{p + q}\right)^2 f^2 L \ln \frac{R_1}{R_2}. \qquad (5)$$

Из (4) и (5) получается следующая более общая формула искажения масштаба изображения, которая справедлива не только для стигматора описанной конструкции:

$$\frac{\Delta r_0}{r_0} = 0{,}5\,\frac{\Delta f}{f}\cdot\frac{t_2}{f}\cdot\frac{(p+q)^2}{p\,(p+t_2)}. \qquad (6)$$

Смысл величин, входящих в формулу (6), ясен из рис. 6.

Коррекция астигматизма объективной линзы

Процесс коррекции астигматизма объектива при помощи стигматора микроскопа УЭМБ-100 нами был описан. Если в рассмотренных выше случаях критерием астигматизма служила форма каустики, то здесь таким критерием является характер расположения дифракционных полос Френеля, наблюдаемых, например, на краях изображения отверстий в пленке. При помощи этих полос можно также градуировать стигматор, что позволяет экспериментально проверить расчет стигматора.

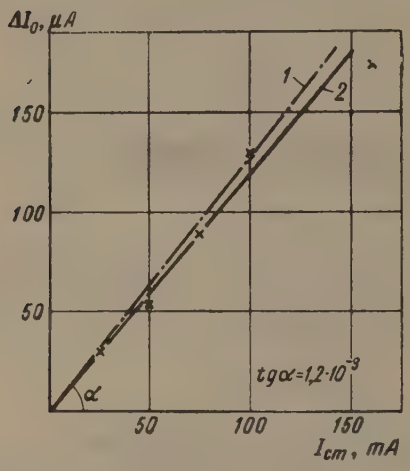


Рис. 7. Зависимость приращения тока объектива от величины тока стигматора: *1* — теоретическая, *2* — экспериментальная

Как известно, полосы Френеля появляются в том случае, если изображение сфокусировано неточно. Разность Δf_0 между фокусным расстоянием, соответствующим точной фокусировке, и фокусным расстоянием, при котором наблюдаются полосы Френеля, можно свести к нулю в какой-либо одной меридиональной плоскости оптической системы при помощи стигматора. Очевидно, что при этом астигматическая разность Δf, привносимая стигматором, равна по абсолютной величине Δf_0. Момент равенства устанавливается по исчезновению полос Френеля в каком-то одном направлении на изображении. Приращение Δf_0 можно вычислить, если экспериментально определить соответствующее ему приращение тока. Для линз с насыщенными полюсными наконечниками:

$$\frac{\Delta f_0}{f} = C\,\frac{\Delta I_0}{I}. \qquad (7)$$

Для слабых линз $C = 2$. Для сильных линз этот коэффициент можно вычислить, пользуясь формулой фокусного расстояния Глазера [4]. Если приравнять Δf_0 и Δf стигматора, определяемой из выражения (2) с учетом упомянутого выше поправочного коэффициента $\left(\frac{b-l}{b}\right)^2$ и вычислить при помощи получающегося выражения отношение $\Delta I_0/I_{ст}$, то для микроскопа УЭМБ-100 оно окажется равным $1{,}27\cdot10^{-3}$.

Это же отношение можно определить экспериментально. На рис. 7 дана зависимость приращения тока объектива ΔI_0 от тока стигматора $I_{ст}$. Она представляет собой прямую. Тангенс угла наклона прямой есть отношение $\Delta I_0/I_{ст}$. Оно оказалось равным $1{,}2\cdot10^{-3}$. Разница между расчетной и измеренной величинами составляет 6%. Она находится в пределах возможной ошибки эксперимента.

Цитированная литература

1. Стоянов П. А., Оптико-механическая промышленность, *4*, 40 (1958).
2. Leisegang S., Optik, **10**, 5 (1953).
3. Rang O., Optik, **5**, 518 (1949).
4. Глязер В., Основы электронной оптики.— Гостехиздат, М., 1957.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Я. Ю. КОМИССАРЧИК, В. Н. ВЕРЦНЕР и Л. С. ГОЛЬДИН

УПРОЩЕННЫЙ УЛЬТРАМИКРОТОМ

При первых попытках использовать электронный микроскоп для изучения гистологических объектов исследователи столкнулись с фактом «непрозрачности» препаратов. Эти авторы — Арденэ (1939—1940), Ричард (1942), Шостранд (1943) — пришли к выводу, что гистологические препараты, толщина которых превышает 0,1 μ, не могут быть предметом электронномикроскопического исследования, так как они передаются в этом случае с разрешением, не превосходящим разрешение световых микроскопов. Впоследствии работами Либмана и Орнштейна [1] было теоретически и экспериментально доказано, что для получения снимков с разрешением 20 Å в микроскопе с короткофокусным объективом и ускоряющим напряжением 50 kV, при плотности препарата, в несколько раз превосходящей плотность материала заливки, необходимы срезы, толщина которых не превышает 300 Å.

Повышение ускоряющего напряжения микроскопа до 100 kV позволяет получить высокое разрешение (до 20 Å) на срезах с большей толщиной, вплоть до 0,1 μ.

Повышение контраста может быть достигнуто удалением материала заливки, что, однако, приводит, по убеждению Гиллера [2] и других авторов, к разрушению структуры исследуемых объектов.

Использование сверхтонких срезов не только повышает контраст, но позволяет более детально изучить структуру исследуемых объектов, так как при этом исключается наложение структурных элементов.

Из изложенного ясно, что получение сверхтонких срезов — основное и главное условие для успешного электронномикроскопического исследования гистологических объектов.

Создание микротомов с малыми подачами и удовлетворительной повторяемостью срезов является достаточно сложной и трудоемкой задачей.

В настоящее время имеется большое число ультрамикротомов, в которых эта задача успешно разрешена.

К настоящему времени накопился достаточно большой опыт как по модернизации обычных, так и по созданию специальных микротомов для ультратонких срезов. В основу создания современных ультрамикротомов положен ряд новых принципов. Одним из них является принцип неподвижного ножа и движущегося относительно него препарата. Это условие удовлетворяется во всех современных ультрамикротомах. Оно позволяет удобно собирать срезы и наблюдать при помощи микроскопа за процессом резания.

Необходимое условие сверхтонкой резки — встреча препарата с ножом только в момент резания и отвод препарата от ножа при его возвращении в исходное положение. Это дает возможность производить сериальную резку, с одной стороны, и предохраняет поверхность блока, с которого должен быть сделан следующий срез, от деформации — с другой.

В подавляющем большинстве современных ультрамикротомов используются стеклянные ножи, предложенные Латта и Гартманом [3]. Применение стеклянного ножа диктовалось повышенной твердостью и аморфностью стекла. Существует несколько методов приготовления стеклянных ножей, но все они сводятся к получению естественного излома стекла,

используемого в качестве режущей кромки. На режущую кромку наносят каплю жидкости, выполняющую роль смазывающего вещества и облегчающую резание. Обычно используется жидкость с большим коэффициентом поверхностного натяжения, что создает условия для лучшего расправления срезов.

Ньюмен и др. предложили простой и надежный метод микроподачи. Он заключается в использовании линейного расширения стержня, несущего препарат при нагреве. В дальнейшем этот метод детально изучался и проверялся Годжем и другими авторами [4] на приборах, позволяющих измерять удлинение стержней с точностью до 10—20 Å.

Удлинение, измеренное с такой степенью точности, оказывается линейным в широком диапазоне температур. При заметном повышении температуры имеет место уменьшение микроподачи с временем, вследствие изменяющейся теплоотдачи деталей, несущих объект. Однако в хорошо работающих микротомах этот эффект не играет существенного значения, так как за несколько минут можно получить достаточное для исследования число срезов. Кроме того, этот эффект можно значительно уменьшить при помощи хорошей термоизоляции устройства, подвергающегося нагреву. Неоспоримым достоинством термоподачи является легкость управления и простота ее конструктивного выполнения, по сравнению с механическими подачами. Поэтому термическая подача в ультрамикротомах получила наибольшее распространение. Одним из существенных и основных требований, предъявляемых к ультрамикротомам, является отсутствие люфтов и вибраций. Достаточно сказать, что при толщине срезов в 200—300 Å для удовлетворительной и надежной работы прибора положение объекта относительно ножа должно сохраняться при постоянной температуре с точностью до 50 Å. Чтобы достичь такой степени точности, требуются тщательная разработка и точное выполнение механизмов микротома.

Присутствие подшипников и смазки в механизме перемещения стержня снижает точность. Жесткая конструкция держателя объекта предпочтительнее. Препарат обычно укрепляют на стержне, жестко связанном с основанием микротома. Вращательное движение препарата, необходимое для отвода ножа, задается механизмом, приводящимся в движение от электромотора либо от руки. Силы, противодействующие упругой деформации, устраняют люфты в механизме, изгибающем стержень.

При разработке микротома мы стремились по возможности удовлетворить перечисленным выше требованиям, добиваясь простоты и надежности микротома в работе.

Описание прибора

В приборе в качестве простого гибкого элемента применен жесткий круглый стальной стержень *1* (рис. 1) длиной 380 мм, максимальный диаметр стержня — 10 мм, минимальный — 6 мм. Продольное сечение стержня выбрано таким образом, чтобы распределить нагрузку на возможно бóльшую его длину и тем самым устранить опасность разрыва стержня и возникновения усталости материала.

Эта конструкция стержня позволяет перемещать его свободный конец на 10—12 мм от нормального положения и тем самым передвигать препарат, укрепленный на стержне, относительно ножа. Перемещение препарата оказывается вполне достаточным, если учесть незначительные размеры препарата, подлежащего срезанию.

Стержень укрепляется в массивном латунном блоке *2*, торец которого приварен к стенке прибора *3*, что, как показала практика, вполне оправдано: таким образом удалось обойтись без теплоизоляционных инваровых стержней с малым коэффициентом линейного расширения, которыми пользовался Ситте [5].

Жесткость соединения между стержнем, блоком и станиной создает непрерывную механическую цепь, лишенную как промежуточной масляной пленки, так и подшипников, что значительно уменьшает вероятность нарушения регулярности подачи препарата.

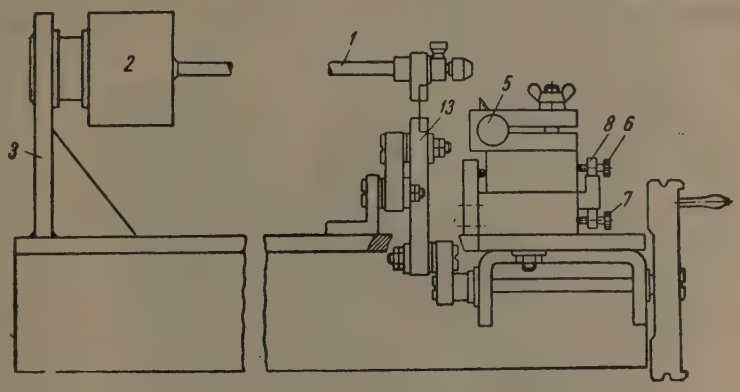


Рис. 1. Разрез ультрамикротома: *1* — гибкий стержень, *2* — латунный блок, *3* — станина прибора, *5* — механизм держателя ножа, *6*, *7* — микрометрические винты, *8* — рычаг с отношением плеч 6 : 1, *13* — кривошипно-шарнирный механизм Чебышева

В блоке имеются две высверленные полости: в одной из них помещается нагреватель *4* (см. рис. 3), а в другой — либо ртутный термометр, либо термопара. Стержень и блок целесообразно покрыть слоем асбеста для уменьшения потери тепла.

Нагрев стержня через блок большой теплоемкости и хорошей теплопроводности имеет то преимущество, что таким образом создаются условия, при которых скорость перемещения является линейной функцией от теплоотдачи нагревателя, величина которой может быть определена на основании измерения температуры блока. Таким образом подача препарата является практически линейной в довольно широком диапазоне температур (от комнатной до 50°).

Недостатком этого устройства, связанным с большой теплоемкостью системы (блок—стержень), является ее инерционность. Поэтому для перехода от быстрой подачи к медленной требуется известное время, чтобы установился нужный режим резания.

Основанием прибора служит устойчивая металлическая станина весом около 3 кг. Прибор устанавливается на столе.

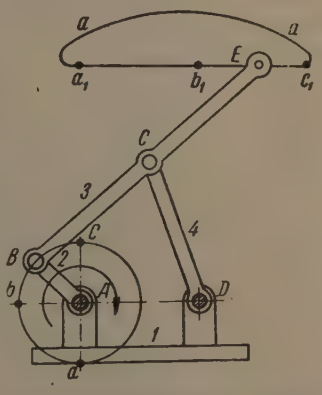


Рис. 2. Механизм Чебышева: *1* —стойка, *2* — кривошип, *3* — шатун, *4* —коромысло

Для перемещения препарата применен четырехзвенный шарнирный, приближенно направляющий, механизм Чебышева (рис. 2). Если в этом механизме удовлетворяется условие $AD = 2\ AB$ и $BC = CD = CE = 2{,}5\ AB$, то точка E описывает траекторию aa, которая на участке $a_1b_1c_1$ мало отличается от прямой. Этому участку будет соответствовать движение точки B по дуге abc, равной полуокружности. Оставшаяся часть траектории aa представляет собой дугу [6, 7]. Это дает возможность при помощи описанного механизма проводить препарат через лезвие ножа почти вертикально вниз и после этого, описав дугу, вернуться к исходному положению, минуя нож.

Стержень, несущий препарат, установлен таким образом, что он во

всех точках замкнутой траектории оказывает сопротивление отклоняющему усилию, которое определяет положение препарата в каждый данный момент. Таким образом, стержень работает, как пружина, выбирающая люфты в ведущем механизме. Так как силы, действующие на стержень при заданных смещениях, не вызывают в нем неупругих деформаций, то нет необходимости разгружать стержень в период остановки микротома.

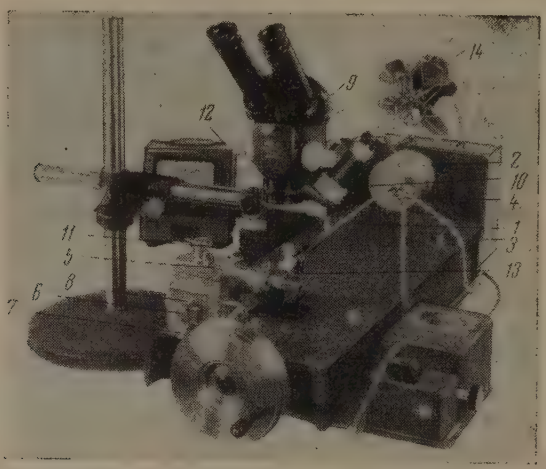


Рис. 3. Общий вид прибора: (обозначения *1—3*, *5—8*, *13* соответствуют рис. 1), *4*—нагреватель, *9* — бинокулярный микроскоп, *10*—осветительное устройство, *11* — лабораторный автотрансформатор, *12* — вольтметр переменного тока, *14* — вентилятор

Прибор может быть приведен в движение либо от руки, либо от мотора. Скорость вращения вала, приводящего в движение шарнирно-кривошипный механизм, не должна превышать 60 об мин$^{-1}$; при этом линейная скорость препарата приблизительно равна 5 см сек$^{-1}$.

Нож и держатель препарата выполнены в соответствии с требованиями, которые предъявляются к этому узлу в современных ультрамикротомах.

Держатель ножа снабжен грубой и тонкой подачей по направлению к препарату. Эти подачи осуществляются при помощи микрометрических винтов *6*, *7*, грубая — непосредственно, тонкая — через рычаг *8* с отношением плеч 6 : 1. В этом узле предусмотрено движение ножа вдоль препарата для выбора лучшего места на его режущей кромке, а также его поворот для выбора наивыгоднейшего угла встречи с препаратом. Дополнительно предусмотрена установка лезвия ножа перпендикулярно оси стержня, несущего препарат. Держатель препарата конструктивно выполнен в виде цангового патрона.

Для наблюдения за резкой и оценкой качества срезов применяется бинокулярный микроскоп МБС-1 с предметным расстоянием 80 мм. Последнее дает возможность свободно манипулировать со срезами. Устройство бинокулярного микроскопа обеспечивает хорошее освещение лезвия ножа и плавающих на поверхности жидкости срезов.

Электрическое питание микротома осуществляется от сети переменного тока с напряжением либо 220, либо 127 V. Включение термической подачи, мотора и осветителя производится отдельными выключателями. Для плавной регулировки напряжения на нагревателе используется лабораторный автотрансформатор, который позволяет плавно регулировать напряжение в интервале 0÷150 V. Для контроля напряжения в приборе предусмотрен вольтметр переменного тока.

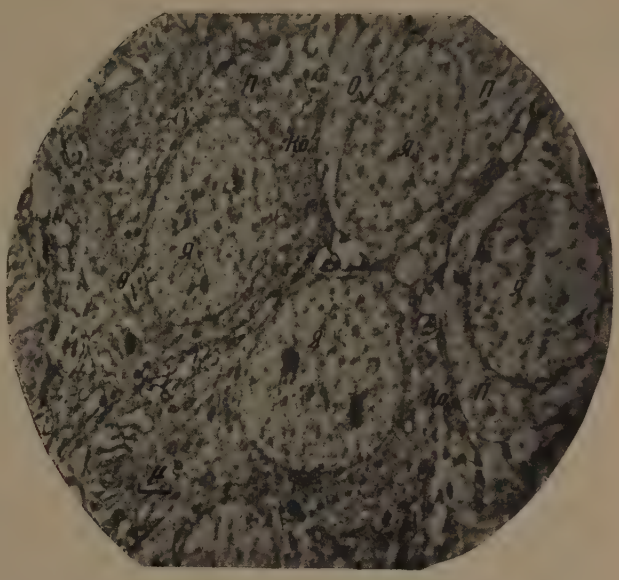


Рис. 4. Группа нервных клеток из Амониевого рога головного мозга белой крысы: *Я* — ядро, *П* — протоплазма, *О*—оболочка ядра, *К. о.*—клеточная оболочка

Рис. 5. Сперматоциты из семенника белой крысы: обозначения те же, что на рис. 4

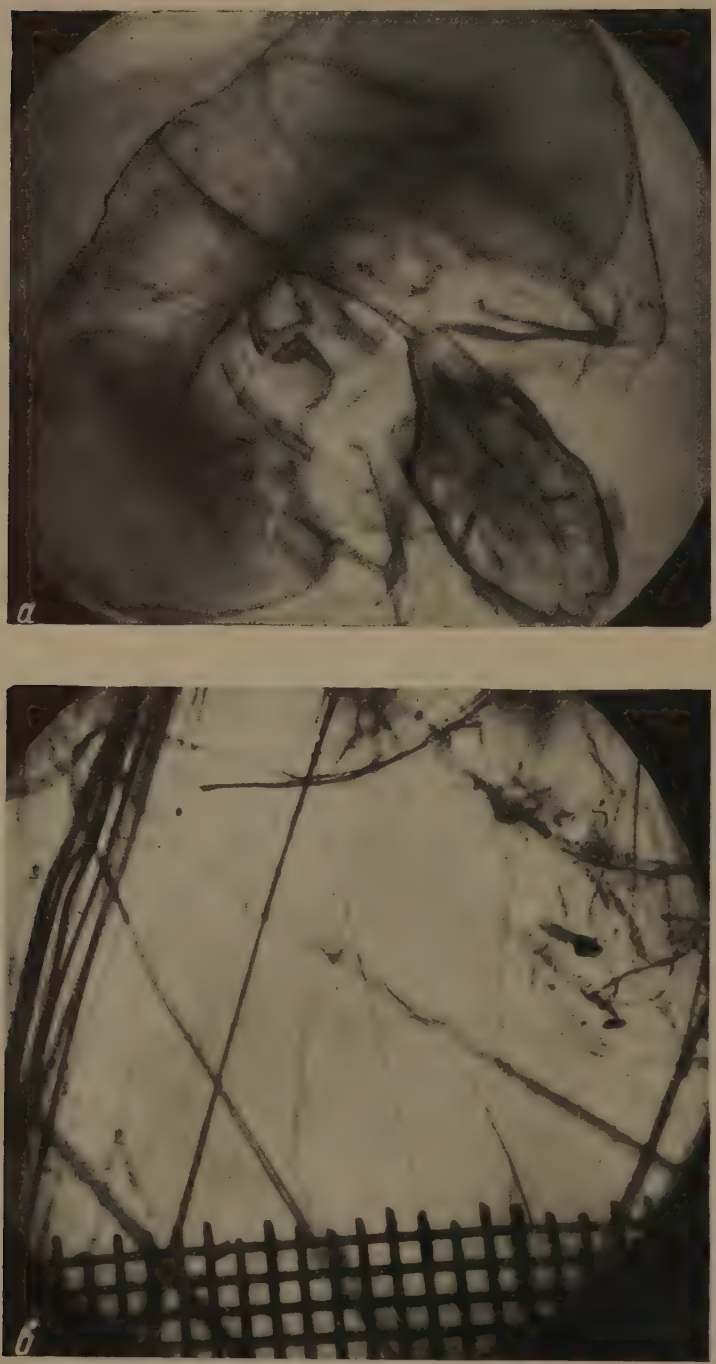


Рис. 3. Снимки, полученные на опытном образце теневого рентгеновского микроскопа: *а* — голова мухи Drosophila melanogaster, увел. 120×; *б* — волокна асбеста на медной сетке с периодом 30 μ

На рис. 3 дана фотография ультрамикротома.

Проверка и контроль работы ультрамикротома производились как на препаратах из чистого метакрилата, так и на препаратах из разных органов животных (семенник, почка, печень и различные отделы головного мозга).

Конечная оценка толщины срезов определялась на старой модели электронного микроскопа ЭМ-3 без дополнительных усовершенствований.

Микротом позволяет получать серии срезов по 30—50 штук без перебоев при средней толщине 200—300 Å. Возможно и получение отдельных более тонких срезов толщиной вплоть до 70—50 Å. Микрофотографии, приведенные в статье (рис. 4 и 5), иллюстрируют работу описанного ультрамикротома.

Психоневрологический институт
им. В. М. Бехтерева
Гос. оптический институт
им. С. И. Вавилова

Цитированная литература

1. Ornstein L., J. Biophys. a. Biochem. Cytol., 2, *4* Suppl. (1956).
2. Hiller J., Gettner M., J. Appl. Phys., 21, 889 (1950).
3. Latta H., Hartman I., J. Proc. Soc. Exper Biol. and Med., 74, 436 (1950).
4. Hodge J., Huch E., Huxley E., Spiro D., J. Histochem., 2, 54 (1954).
5. Sitte H., Microskopie, 10, 365 (1956).
6. Артоболевский И. И., Теория механизмов и машин. — Гостехтеоретиздат, М., 1953.
7. Сб. Научное наследие П. Л. Чебышева, вып. 2, Теория механизмов. — Изд. АН СССР, М.—Л., 1945.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. А. БОГДАНОВСКИЙ, В. В. КУПРЕВИЧ, В. Н. ВЕРЦНЕР
и И. В. СТЕПАНОВ

СВЕТОЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ МОНОКРИСТАЛЛИЧЕСКИХ ЭКРАНОВ ВЫСОКОГО РАЗРЕШЕНИЯ

В электронной микроскопии в качестве люминесцирующего покрытия экранов применяются поликристаллические фосфóры. Такие экраны при хорошей светоотдаче имеют сравнительно невысокую разрешающую способность. Монокристаллические экраны обладают гораздо большим разрешением. Однако из-за незначительного светового выхода и трудностей получения монокристаллов такие экраны не нашли до сих пор широкого применения.

Изготовленные нами образцы монокристаллов благодаря высокой добротности и хорошим оптическим свойствам оказалось возможным использовать в электронном микроскопе и заменить конечную ступень электронноoптического увеличения на светооптическую. Применение монокристаллических экранов в электронном микроскопе облегчает фокусировку изображения и позволяет снизить плотность тока на объекте.

Монокристаллические экраны

Впервые для фокусировки изображения в электронной микроскопии были использованы природные монокристаллы ZnS [1]. Однако качество их было невысоким и размеры очень малы.

Более поздние работы привели к лучшим результатам [2]. На искусственно выращенных монокристаллах ZnS и CdS при 20 kV ускоряющего напряжения было получено разрешение около 2 μ при световом выходе, в несколько десятков раз меньшем, чем у наиболее ярких поликристаллических фосфóров. Качество этих кристаллов оказалось несколько выше, чем природных.

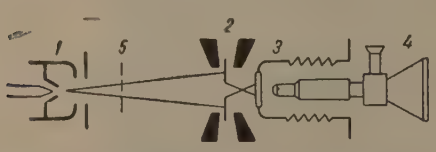


Рис. 1. Установка для измерения светоотдачи и разрешения монокристаллических экранов: *1* — электронная пушка, *2* — линзовая система, *3* — насадка для крепления экранов, *4* — светооптическая приставка с фотокамерой, *5* — сетка

Полученные нами монокристаллы на основе флуорита при больших размерах обладают высокой однородностью, прозрачностью и имеют спектральный состав свечения, близкий к области чувствительности глаза. Светоотдача их мало отличается от светового выхода поликристаллических фосфóров.

Для измерения светоотдачи и разрешения монокристаллических экранов была собрана установка, схематически изображенная на рис. 1. Она состояла из электронной пушки *1*, линзовой системы *2*, насадок для крепления экранов *3* и светооптической приставки с фотокамерой *4*.

Для измерения разрешающей способности при помощи линзовой системы было получено 20—30-кратное уменьшение сетки *5*, что позволило в случае сетки с ячейкой в 30 μ определять разрешение до 1,5 μ на экране.

Уменьшение можно было изменять, передвигая кристалл вместе с микроскопом относительно линзовой системы.

Для измерения светоотдачи линзовая система перестраивалась и с ее помощью получали 200-кратное увеличение. Вместо насадки *3* устанавливалась дисковая кассета с набором исследуемых экранов, которые можно было последовательно изучать при повороте кассеты. Таким образом, при одной и той же плотности электронного пучка (обычно порядка 10^{-7} А см$^{-2}$) можно было сравнивать свечение монокристаллических экранов с эталонными поликристаллическими. Для фотометрирования использовались фотоэлементы. Измерения показали, что светоотдача монокристаллических экранов составляет 25—30% от поликристаллических ZnS·CdS. Разрешающая способность для 30-kV электронов оценена в 1,5 μ по визуальным наблюдениям, что отвечает примерно 650 штрихам на 1 мм. Кристаллы хорошо сохраняют свои свойства и не «выгорают» под пучком даже при значительных плотностях тока.

Сравнение качества экранов

Экраны	Светоотдача L, отн. един.	Разрешение δ, μ	Добротность $\left(\frac{L}{\delta^2}\right)$, отн. един.
ZnS·CdS, поликр.	1	40	1
Урановое стекло	0,003	2	1
ZnS, монокр.	0,05	2	20
Экран ГОИ	0,3	1,5	200

Если добротность $D(D = L/\delta^2$, где L — светоотдача и δ — разрешаемое расстояние) принять для поликристаллического ZnS·CdS экрана за единицу, то используемые нами монокристаллические экраны имели соответственно добротность 175—200. Сравнительные данные по некоторым экранам приведены в таблице, составленной на основании литературных данных [2] и наших измерений.

Применение монокристаллических экранов

Для проверки возможности использования монокристаллических экранов в электронном микроскопе нами была собрана лабораторная установка, оптическая часть которой схематически изображена на рис. 2. В нее входят: электронная пушка *1* на 30 kV, две электромагнитные линзы *3* и светооптическая приставка *5*. Замена обычной трехэлектродной пушки длиннофокусной позволила уменьшить сечение пучка на объекте и на порядок снизить нагрузку на объект. Апертура освещения ограничивалась центрируемой диафрагмой *2* с отверстием ϕ 50—70 μ. Двухступенчатая линзовая система давала увеличение до 3000× при внутривакуумном фотографировании. Смена полюсных наконечников позволяла перестроить линзовую систему на электронооптическое увеличение 300×. В последнем варианте изображение на монокристаллическом экране можно было рассматривать с малыми потерями света в оптический микроскоп с увеличением 100× или фотографировать его при помощи микрофотонасадки.

Рис. 2. *1* — электронная пушка, *2* — диафрагма, *3* — линзовая система, *4* — экран, *5* — светооптическая приставка

Высокая разрешающая способность монокристаллических экранов позволяет больше чем на порядок снизить электронооптическое увеличение микроскопа, причем плотность тока на экране возрастает обратно пропорционально квадрату отношения увеличений. Вследствие линейной зависимости интенсивности свечения экрана от плотности электронного пучка можно, пользуясь оптическим микроскопом, либо уменьшить на два порядка нагрузку на объект при прежней яркости рассматриваемого изображения, либо наблюдать при большом общем увеличении гораздо

более яркое изображение объекта, оставляя прежней нагрузку. Первая возможность имеет существенное значение в электронной микроскопии, так как интенсивное электронное облучение вызывает нежелательные изменения объектов. Во втором случае облегчается фокусировка изображения при больших увеличениях.

Было проведено сравнительное фотографирование изображения объектов с экрана и внутривакуумная съемка. Фотографирование с экрана (электронооптическое увеличение 300×) производилось при помощи оптического микроскопа на высокочувствительную флуорографическую пленку РФ-3. Экспозиция составляла 15—20 сек. Внутривакуумная съемка выполнялась при электронооптическом увеличении 3000× на

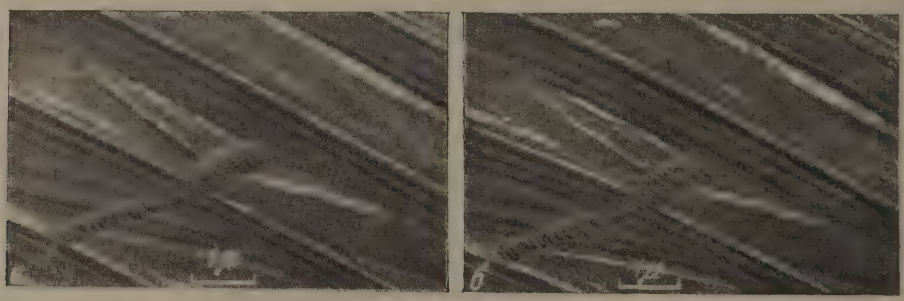


Рис. 3. Фотографии изображения реплики дифракционной решетки, оттененной золотом, полученные с монокристаллического экрана (*а*) и внутривакуумной съемкой (*б*)

диапозитивные пластинки с экспозицией 1—2 сек. На рис. 3, *а* и *б* приведены снимки одного и того же участка объекта (парладионовая реплика дифракционной решетки, оттененная золотом) при одинаковом общем увеличении 8500×. Снимок с экрана *а* не намного уступает электронному снимку *б*, несмотря на десятикратное удлинение экспозиции. По визуальной оценке разрешение на снимках с экрана может быть доведено до 150 Å. Съемку с монокристаллического экрана можно использовать в упрощенных электронных микроскопах пониженного разрешения. Это позволит устранить вакуумную фотокамеру и избежать напуска воздуха в колонну микроскопа при зарядке кассеты или применения шлюзования фотопластинок. Необходимо отметить, однако, что фотографирование с экрана связано с некоторым ограничением поля зрения, обычным при съемке изображения в оптическом микроскопе со средним увеличением.

С другой стороны, преимущества монокристаллических экранов можно реализовать в большой степени, если оставить внутривакуумное фотографирование при пониженных электронооптических увеличениях. В этом варианте получается большое поле зрения на снимках, а для наводки на резкость при помощи оптического микроскопа достаточно наблюдения ограниченного участка изображения. Вместе с тем в полной мере сохраняется возможность уменьшения нагрузки на объект при фотографировании. Если пользоваться обычными фотоэмульсиями, то уменьшение нагрузки повлечет за собой удлинение экспозиции, поскольку пленку необходимо располагать в том месте пучка, где электронооптическое увеличение на порядок больше, чем на монокристаллическом экране. Мелкозернистые эмульсии можно располагать в плоскости, близкой к монокристаллическому экрану. В этом случае, оставляя приемлемой экспозицию, мы получаем возможность сфотографировать намного больший участок изображения при значительно меньшей нагрузке на объект.

Цитированная литература

1. Ardenne M., Elektronenübermikroscopie (1940).
2. Arend H., Broser-Warminsky R., Ruska E., ZS. wiss. Mikrosk., 62, 46 (1954).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. О. БАГДЫКЬЯНЦ и А. В. ШИШАЦКИЙ

РЕНТГЕНОВСКИЙ ТЕНЕВОЙ МИКРОСКОП

Рентгеновский микроскоп расширяет возможности микроскопии, позволяя решать некоторые задачи более успешно, чем при помощи светового и электронного микроскопов. Объясняется это главным образом большой проникающей способностью рентгеновых лучей и зависимостью их рассеяния от химического состава включений в исследуемых объектах.

Имеются сведения о возможности использования рентгеновского микроскопа для изучения тонких срезов биологических объектов [1], болезненных изменений костных тканей [2], ткани легких, пораженных силикозом, кровеносных сосудов при склеротических явлениях, для качественного и количественного анализа порошков [3], изучения внутреннего строения сплавов и других аналогичных задач.

Создать просвечивающий рентгеновский микроскоп с преломляющей оптикой нельзя, так как показатель преломления всех известных материалов для рентгеновых лучей близок к единице.

Вследствие этого было предложено несколько различных принципов получения рентгеновского микроскопического изображения, обходящих это принципиальное затруднение [4—7].

В настоящее время практически осуществлены только рентгеновские микроскопы, использующие принцип теневой проекции от точечного источника рентгеновых лучей.

Последний создается либо электронным зондом, сфокусированным при помощи уменьшающей электронной оптики на плоском антикатоде [8], либо при помощи заостренного антикатода, имеющего радиус закругления острия около 0,5 μ, который бомбардируется мощным потоком электронов [9].

В данной статье описан разработанный авторами опытный образец теневого рентгеновского микроскопа*.

Принципиальная схема и внешний вид прибора показаны соответственно на рис. 1 и 2.

В описываемом приборе применена уменьшающая электронооптическая система, состоящая из двух короткофокусных уменьшающих электромагнитных линз *2* и *3*, аналогичная описанной одним из авторов [10], которая образует на тонком антикатоде *4* уменьшенное изображение источника электронов *1*.

Участок антикатода, бомбардируемый электронами, служит точечным источником рентгеновых лучей, образующим проекционное изображение объекта *5* на фотопленке *6*. Исследуемый объект и фотопленка помещаются во вневакуумной части прибора.

Вследствие небольшой интенсивности рентгеновского излучения в первых рентгеновских теневых микроскопах время экспозиции достигало 20 мин. Объясняется это потерей части электронов при использовании уменьшающей оптики, низкой интенсивностью электронного пучка и малым коэффициентом выхода рентгеновых лучей при ускоряющих напряжениях, применяемых в этих приборах (около 10 kV).

* Ведущий конструктор опытного образца — Н. Г. Зандин, конструктор — С. П. Розов.

Так, например, если при использовании электронной пушки, предназначенной для ускоряющего напряжения 30 kV, в оптимальном режиме время экспозиции составляло 3 мин, то с понижением ускоряющего напряжения до 9 kV время экспозиции возрастало до 18 мин.

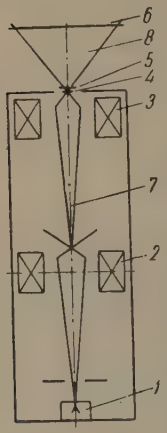


Рис. 1. Принципиальная схема рентгеновского теневого микроскопа: *1* — источник электронов, *2* — первая уменьшающая линза, *3* — вторая уменьшающая линза, *4* — антикатод, *5* — образец, *6* — фотопленка, *7* — электронный пучок, *8* — рентгеновы лучи

В связи с этим для низких ускоряющих напряжений нами было испытано несколько вариантов электронных пушек с различными параметрами электродов.

Лучшие результаты были получены с пушкой, имеющей вогнутый катодный цилиндр с радиусом кривизны 10 мм (диаметр диафрагмы катодного цилиндра 0,1 мм) и анод с отверстием 18 мм, удаленный от катодного цилиндра на 40 мм. Она дает электронный пучок высокой интенсивности и малой апертуры. При ускоряющем напряжении 9 kV, токе эмиссии 50 μA и уменьшении электронной оптики 2000× рентгеновские снимки были получены при экспозиции 30—45 сек (фотоматериал — высокочувствительная аэрофотопленка).

Конструктивно электронная пушка выполнена в виде бронированного узла. В ней обеспечена возможность перемещения нити накала в горизонтальном и вертикальном направлениях и центровки катодного цилиндра при включенном высоком напряжении.

Две электромагнитные линзы с фокусными расстояниями 3 мм объединены в одном узле. Полюсные наконечники обеих линз из железа «армко» насыпной конструкции, самоцентрующиеся. Наконечники верхней линзы несимметричные, что позволяет помещать антикатод и объект вне наконечника.

На верхнем конце электромагнитной линзы укреплен легко сменяемый держатель антикатода, который вместе с металлической фольгой толщиной 0,15μ, используемой в качестве антикатода, и наложенной на нее полиэтиленовой пленкой толщиной 15 μ уплотняет вакуумную часть прибора. Отверстие в держателе антикатода, уплотняемое фольгой, имеет ϕ0,2 мм. Образец укрепляется на специальном патроне, вставляемом в столик образцов и перемещается в горизонтальной плоскости.

Увеличение прибора можно менять, изменяя расстояние антикатод—объект.

Рис. 2. Внешний вид рентгеновского теневого микроскопа

Существующие флуоресцирующие экраны для рентгеновых лучей не позволяют получить достаточно интенсивное изображение, видимое глазом. Поэтому для выбора участка объекта рентгеновский микроскоп снабжен оптическим микроскопом с увеличением 37×, ось которого съюсти-

рована с осью рентгеновского микроскопа таким образом, что участок объекта, попадающий в поле зрения оптического микроскопа, попадает на рентгеновский снимок.

Прибор имеет две фотокамеры:

а) для одиночных снимков размером 20×20 мм,

б) для получения серии снимков (до 36 снимков) на фотопленку шириной 35 мм.

Колонна рентгеновского микроскопа непрерывно откачивается. Вакуумная система прибора состоит из форвакуумного насоса ВН-494, помещающегося в шкафу прибора, и диффузионного насоса ММ-40 А с охлаждающей полупроводниковой ловушкой паров масла, вакуумного переключателя, термовакуум-метра и гидрореле, выключающего нагрев диффузионного насоса при прекращении подачи воды в охлаждающую систему.

Жалюзи полупроводниковой ловушки охлаждаются до температуры — 30°. Введение ловушки незначительно (на 7%) уменьшает скорость откачки и улучшает вакуум (на порядок).

Вакуум в колонне рентгеновского микроскопа $2{,}5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.

Нестабильность ускоряющего напряжения и тока через линзы приводит к перемещению фокуса электронного пучка вдоль оптической оси прибора. Вследствие этого в фиксированной плоскости антикатода размер электронного пятна увеличивается, что приводит к ухудшению разрешающей способности прибора.

В описываемом приборе источник питания линз стабилизован по току и напряжению до 0,002% и высоковольтный блок ускоряющего напряжения — до 0,01%.

Одним из факторов, определяющих разрешение на теневом изображении, является размер источника излучения.

Сравнение разрешения на теневых снимках, полученных по описанному способу в рентгеновых лучах и в электронных пучках с использованием одной и той же электронооптической системы, показывает, что в то время как разрешение в электронных пучках достигает 300 Å, разрешение на рентгеновских снимках составляет 0,5 μ.

Диаметр источника рентгеновых лучей оказывается больше диаметра возбуждающего их электронного зонда.

Одна из причин увеличения размера рентгеновского источника в том, что он определяется наименьшим сечением каустики, обусловленной сферической аберрацией, в то время как поперечник каустики на разрешение теневого электронного изображения не влияет.

Вторая причина увеличения размера рентгеновского источника — рассеяние электронов в металлическом антикатоде.

Разрешающая способность рентгеновского микроскопа определялась по ширине полутени на изображении резкого края объекта, непрозрачного для рентгеновых лучей, отнесенной к плоскости объекта. В качестве объекта использовался тщательно полированный край излома лезвия безопасной бритвы. Снимок края лезвия микрофотометрировался на микрофотометре МФ-4. Чтобы исключить ошибку, вносимую микрофотометром, микрофотометрировался также непосредственно край лезвия.

Разность ширины полутени на снимке и полутени края лезвия дает разрешение рентгеновского изображения. Определенная таким образом разрешающая способность равна 0,5 μ. Косслетт и Никсон [11] определяют разрешение по расстоянию до первого максимума френелевской дифракции.

Разрешение описываемого нами прибора, определенное согласно этому критерию, равно 0,14 μ.

В таблице приведены некоторые сравнительные данные о различных теневых рентгеновских микроскопах.

Сравнительные данные относительно современных теневых рентгеновских микроскопов

Прибор	Электронноoптич. система	Разрешение, μ	Время экспозиции
США (Дж. Эл. К°) (серийный прибор)	Две электростатические линзы	1	3—20 мин [12]
Япония (Шимадзу) (опытный образец)	Одна конденсорная + одна уменьшающая эл.-магнитные линзы	1	
Англия (лабор. образец, 1952 г.)	Одна конденсорная + одна уменьшающая эл.-магнитные линзы	0,5	1 мин [8]
Англия (лабор. образец, 1955 г.)	Две уменьшающие эл.-магнитные линзы (1-я — 5×, 2-я — 100×)	0,1	5 мин [11]
СССР (опытный образец)	Две уменьшающие эл.-магнитные линзы (1-я — 80×, 2-я — 27×)	0,5	30—45 сек

На рис. 3 (см. оборот вклейки III к стр. 477) представлены снимки, полученные на описанном опытном образце теневого рентгеновского микроскопа.

В заключение авторы считают приятным долгом выразить благодарность А. А. Лебедеву за внимание к данной работе.

Цитированная литература

1. Mosley, Scott, Science, 124, *3224*, 683 (1956).
2. Franklin J., Instr., 258, *4*, 328 (1954).
3. Jamaguchi S., ZS. analyt. Chemie, 156, 15 (1957).
4. Engstrom A., Physiol. Rev., 33, 1901 (1953).
5. Von Ardenne M., Naturwissenschaften, 27, 485 (1939).
6. Barcklay A. E., Microarteriography.— Blackwell, Oxford, 1951.
7. Kirkpatrick P., Baez A. V., J. Opt. Soc. Amer., 38, 766 (1948).
8. Cosslett V. E., Nixon W. C., Nature, 168, 24 (1951); Proc. Roy. Soc., 140, 422 (1952); J. Appl. Phys., 24, 616 (1953).
9. Ровинский Б. М., Лютцау В. Г., Изв. АН СССР. Сер. физ., 20, 636 (1956).
10. Багдыкьянц Г. О., Изв. АН СССР. Сер. физ., 17, 255 (1953). Биофизика, 1, 341 (1956).
11. Nixon W. C., Proc. Roy. Soc. A, 232, *1191* (1955).
12. Research, 8, *12*, 473 (1955).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. Н. ВЕРЦНЕР, М. Г. ИВАНОВ, В. В. КОЗЕЛКИН,
Г. А. БОГДАНОВСКИЙ, Ю. В. ВОРОБЬЕВ, Ю. В. ЧЕНЦОВ, В. Е. КЛЮКИН
и В. А. НИКИФОРОВА

СЕРИЙНЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП ЭМ-5

В последнее десятилетие имело место интенсивное расширение промышленного производства электронных микроскопов разного типа, сопровождавшееся существенным повышением разрешающей способности. Наибольшее распространение получили электронные микроскопы вы-

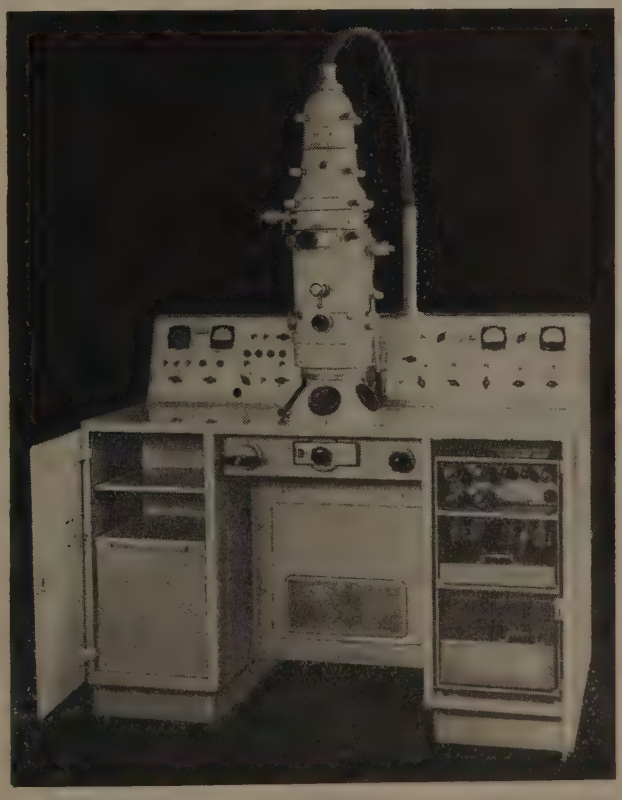


Рис. 1. Общий вид серийного электронного микроскопа ЭМ-5

сокого разрешения (II класса [1]) с разрешающей способностью 20—30 Å. Для удовлетворения большой потребности в приборах указанного типа нами был разработан электронный микроскоп ЭМ-5, на производство которого переходит промышленность. При проектировании были учтены основные требования, предъявляемые к приборам высокого разрешения, и накопленный опыт по эксплуатации электронных микроскопов ЭМ-3 отечественного производства.

Электронный микроскоп ЭМ-5 представляет собой настольную модель электронного микроскопа высокого разрешения. Конструктивно он оформлен в виде прибора с вертикальной колонной, в верхней части которой располагается электронная пушка, а на уровне стола — экран для наблюдения конечного изображения (рис. 1 и рис. 2). За электронной пушкой, следуя сверху вниз, расположены четыре электромагнитные линзы микроскопа: конденсорная, объективная, промежуточная, или линза микродифракции, и проекционная. Под экраном находится фотокамера. В столе микроскопа размещены вакуумные насосы и вся электрическая схема питания. Управление различными механизмами и электрическими устройствами микроскопа расположено в удобных для экспериментатора местах, работа с прибором безопасна.

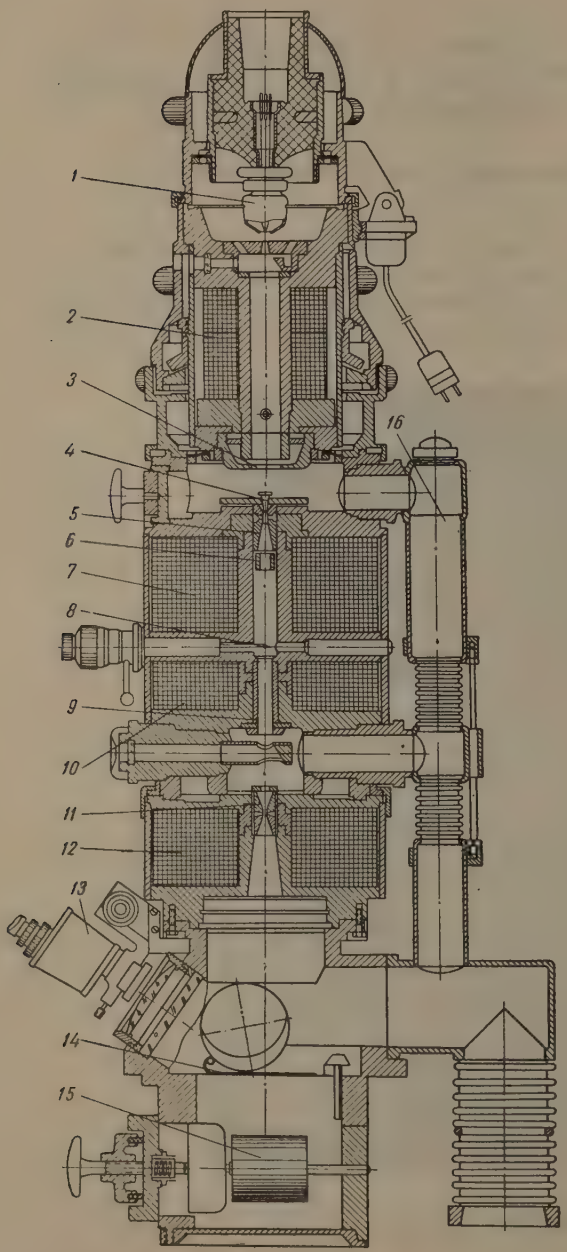


Рис. 2. Схематический разрез колонны ЭМ-5: *1* — электронная пушка, *2* — конденсорная линза, *3*, *5*, *9* и *11* — полюсные наконечники, соответственно, конденсорной, объективной, промежуточной и проекционной линз, *4* — объектодержатель, *6* — стигматор, *7* — объективная линза, *8* — полевая диафрагма, *10* — промежуточная линза, *12* — проекционная линза, *13* — бинокулярный микроскоп, *14* — конечный экран, *15* — фотокассета, *16* — вакуумпровод

Осветительная система

Высокое напряжение, накал катода и смещение подводятся к пушке бронированным высоковольтным кабелем. Для юстировки пушки катодный цилиндр с нитью могут перемещаться относительно анода. Конденсорная линза работает в режиме уменьшения (4 : 1), что позволяет уменьшить диаметр освещаемой части объекта до 7—5 μ и существенно снизить суммарную нагрузку на объект (конденсор среднего луча).

Апертура освещения задается сменными центрируемыми диафрагмами конденсорной линзы. Юстировка осветителя относительно объектива производится при помощи юстировочного устройства, позволяющего перемещать осветительную систему горизонтально и наклонять ее на небольшие углы.

Камера образцов и объективная линза

Предметный столик микроскопа обеспечивает четкие, без мертвого хода, микроскопические перемещения исследуемых объектов в двух взаимно перпендикулярных направлениях, а также наклон образцов на углы $\pm 5°$, необходимые при стереосъемке.

В зазор полюсного наконечника снаружи через вакуумное уплотнение вводятся центрируемые сменные диафрагмы контраста.

Полюсные наконечники объективной линзы близки к симметричному типу и изготовлены с повышенной точностью. Объектив скреплен жестко с нижней частью микроскопа. Юстировка объектива относительно проекционной линзы производится при изготовлении микроскопа подбором положения отдельных частей полюсных наконечников, имеющих гильзовую конструкцию.

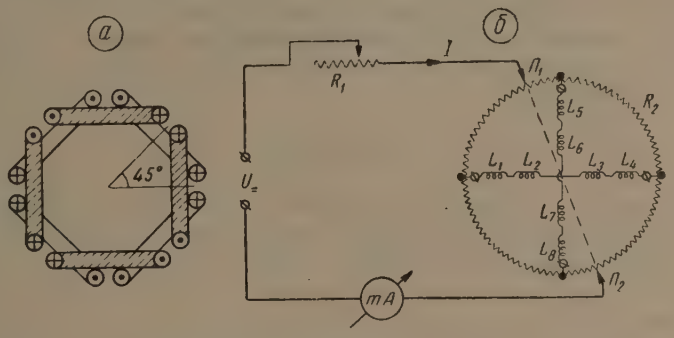


Рис. 3. Регулируемый стигматор из восьми симметрично расположенных катушек $L_1 - L_8$

Для исправления остаточного и меняющегося во времени астигматизма, обусловленного, например, несимметрично заряжающейся апертурной диафрагмой, в ЭМ-5 введен регулируемый стигматор, схематически изображенный на рис. 3, *а*. Он состоит из восьми симметрично расположенных катушек, из которых четыре развернуты на угол 45° относительно остальных. Это позволяет при помощи простой реостатной схемы (рис. 3, *б*) электрически поворачивать магнитное поле стигматора, а также независимо регулировать его величину. Рабочий ток стигматора составляет несколько миллиампер, однако для облегчения установки нужного направления компенсирующего поля можно использвать гораздо большие токи.

Благодаря большому размеру стигматора, он достаточно удален от электронного пучка. Это позволило также снизить требования к точности изготовления. Стигматор помещается ниже полюсных наконечников, причем обусловленное таким его положением искажение масштаба не превышает 0,1 %.

Данная конструкция позволила устранить механический поворот стигматора и вынести управление стигматором на пульт микроскопа.

Линзы промежуточная, или микродифракции, и проекционная

Применение промежуточной линзы позволяет изменять непрерывно увеличение микроскопа от светооптических до 90 000× при малой длине колонны и при неизменном размере конечного изображения. С ее помощью можно также проводить электронную дифракцию с локальных известных участков исследуемых образцов размером от 1—2 μ и выше (электронную микродифракцию) с возможностью выделения определенных дифракционных рефлексов. Селекция исследуемой микрообласти

объекта осуществляется полевой центрируемой диафрагмой переменного сечения, расположенной перед линзой.

Для облегчения юстировки в промежуточной линзе применены центрируемые полюсные наконечники. Проекционная линза микроскопа дает увеличение около 250×.

Дифракционная насадка

Дифракционная насадка, дающая возможность электронографирования на прохождение и отражение, может устанавливаться перед проекционной линзой. Полюсный наконечник последней при электронографировании заменяется магнитной защитой

Для получения электронограмм сравнения от стандартного вещества в фотокамере предусмотрена возможность производить раздельное экспонирование обеих половин одной фотопластинки.

Хорошее качество оптики обеспечивает получение электронограмм с достаточно высоким разрешением при расстоянии от объекта до фотопластинки в 350 мм.

Фотокамера

Фотокамера микроскопа рассчитана на четыре фотопластинки размером 4,5×6 см, находящиеся в светонепроницаемой кассете. Во время экспозиции происходит маркировка снятых фотопластинок. В случае необходимости при одной зарядке кассеты можно сделать восемь снимков размером 4,5×3 см.

Вакуумная система

Большая мощность паромасляного насоса (200 л $сек^{-1}$) при использовании коротких вакуумопроводов большого сечения обеспечивает быструю откачку прибора до высокого разрежения. Время восстановления рабочего вакуума в микроскопе при нормальном цикле составляет всего 2—3 мин.

Полуавтоматический вакуумный переключатель упрощает управление прибором и исключает неправильное включение используемых насосов.

Для приготовления электронномикроскопических препаратов в комплект микроскопа введен специальный электронномикроскопический вакуумный пост ЭВП-2. Вакуумный пост снабжен специальной камерой для вакуумной сушки фотопластинок до их установки в электронный микроскоп.

Электрическое питание

Микроскоп питается от цепи переменного тока напряжением 220 или 380 V при частоте 50 Hz. Ускоряющее напряжение изменяется ступенями 40, 50 и 60 kV. В схеме имеются электронные стабилизаторы ускоряющего напряжения и токов через обмотки линз. Нестабильность ускоряющего напряжения и тока через обмотку объектива порядка 0,003 %.

Размещение элементов высоковольтного выпрямителя и питания накала электронной пушки в масляном баке, а также применение бронированного кабеля и бронированной электронной пушки делают работу на микроскопе безопасной. Это существенно снижает нарушающее действие на работу микроскопа помех от влаги и пыли.

Допускаемые исследования

В микроскопе ЭМ-5 можно проводить исследования в светлом и темном полях, стереоскопическую съемку при стереоуглах $\pm 5°$, выполнят

электронную микродифракцию от локальных участков исследуемых объектов, получать темнопольные изображения в свете отдельных дифракционных рефлексов, проводить обычное электронографирование в проходящих и отраженных электронных лучах и получать электронограммы сравнения от известных веществ.

Для облегчения фокусировки и наблюдения изображение на экране может рассматриваться при помощи бинокулярного микроскопа с увеличением 9×.

Разрешающая способность прибора, проверенная на коллоидном серебре и платине, достигала 20 Å.

Цитированная литература

1. Верцнер В. Н., См. настоящий номер журнала. стр. 426.
2. Описание и краткая инструкция по монтажу и эксплуатации электронного микроскопа ЭМ-3.
3 Верцнер В. Н., Сб. Вопросы микроскопии, стр. 148.— Машгиз, М.— Л., 1956.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

И. Г. СТОЯНОВА

КАМЕРА ДЛЯ ЭЛЕКТРОННОМИКРОСКОПИЧЕСКОГО ИССЛЕДОВАНИЯ ОБЪЕКТОВ В ГАЗОВОЙ СРЕДЕ

Электронномикроскопическое наблюдение препарата неразрывно связано с необходимостью облучения его электронами и помещения в вакуум. Ряд объектов, в первую очередь биологические объекты, при помещении в вакуум изменяют свою структуру в результате удаления структурной воды. Влияние электронного пучка на объект выражается в нагревании объекта, его ионизации, зарядке, изменении проницаемости и т. п. Эти обстоятельства исключают возможность наблюдения истинной структуры биологических объектов в обычных электронных микроскопах. С момента появления первой модели электронного микроскопа проводились поиски возможности электронномикроскопического исследования объектов в газовой среде и исследования живых объектов [1]. Так, Абрамсом [2] была разработана камера, в которую можно было помещать объект без предварительного высушивания. Руска [3] и Арденне [4] предложили открытую, соединенную с внешним объемом, камеру, позволяющую проводить наблюдение объектов в атмосфере газа при давлении 10—20 мм рт. ст. Дальнейшее повышение давления в районе объекта сопровождалось ухудшением вакуума в колонне микроскопа, что в свою очередь отрицательно влияло на стабильность изображения.

Так как электронномикроскопическое исследование объектов в газовой среде требует повышения давления непосредственно в зоне объекта на 5—6 порядков по сравнению с давлением в колонне микроскопа, то элементы камеры, в которой содержатся объекты, должны: а) иметь большую механическую прочность, чтобы выдерживать значительную разность давлений, не разрушаясь; б) быть достаточно герметичными, чтобы не пропускать газ из камеры в колонну микроскопа; в) быть достаточно тонкими в зоне действия пучка, чтобы не вызывать значительного рассеяния электронов, проходящих через объект; г) не разрушаться при соприкосновении с влагой и д) быть устойчивыми к воздействию электронного пучка — не разрушаться.

Проведенные нами исследования по изысканию возможности помещения в электронном микроскопе объекта в газовой среде позволили разработать объективную линзу со специальной камерой объектов [5], соответствующей перечисленным выше требованиям. Эта камера отличалась от известных нам тем, что в ней можно изменять давление газа в интервале 0÷700 мм рт. ст. без нарушения режима работы микроскопа и не прерывая процесса наблюдения изображения. Возможность электронномикроскопического исследования объектов в газовой среде достигается благодаря тому, что в объектодержателе (рис. 1) пространство, в котором находится объект, ограничивается защитными пленками, нанесенными на диафрагмы *1* и *2* и препятствующими истечению газа из камеры объектов в колонну прибора. Это пространство соединяется посредством канала *3* либо с откачной системой, либо с рядом резервуаров, в которых содержится газ. Это позволяет откачать камеру объектов и затем наполнить ее газом необходимого состава и давления. Между диафрагмами *1* и *2* находится разрезное кольцо *4*, высота которого позволяет регулировать высоту газо-

вого слоя. Герметичность камеры объектов достигается благодаря применению прокладок *6* и защитных пленок на диафрагмах, зажатых гайкой *7*. Давление газа в зоне объекта измерялось U-образным ртутным манометром, давление в микроскопе — ионизационным манометром. Наиболее деликатная проблема защитных пленок, которые должны удовлетворять требованиям «в» и «д», была решена приготовлением коллодиевых пленок

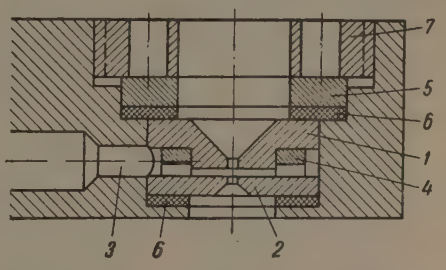


Рис. 1. Микрокамера объекта: *1* и *2* — диафрагмы, *3* — канал связи с откачной системой, *4* — разрезное кольцо, *5* — зажимное кольцо, *6* — прокладки, *7*—гайка

на среде без набухания и покрытием их тонким угольным слоем. Суммарная толщина таких двух пленок составляла ~ 200 Å. Они позволили создать систему с очень хорошей характеристикой герметичности (зависимость давления в приборе от давления в камере объектов): при изменении давления в ней от 10^{-2} мм рт. ст. до 500—700 мм рт. ст. вакуум в колонне микроскопа практически оставался неизменным.

Влияние газа и защитных пленок на качество изображения

Увеличение толщины рассеивающего слоя, который создается в районе исследуемого объекта за счет введения второй пленки и газа, естественно должно изменить качество электронномикроскопического изображения вследствие увеличения числа упругих и неупругих столкновений. Увеличение числа упруго рассеянных электронов на столь большие углы, что большая их часть задерживается контрастной диафрагмой, приводит к снижению яркости и контраста изображения. Изменение яркости изображения при наполнении камеры газом оценивалось по кривым зависимости относительной плотности электронов на изображении (n/n_0, где n — число электронов, прошедших через камеру, n_0 — число электронов, попадающих в камеру) от толщины объекта. При этом предполагалось, что суммарная поверхностная плотность пленок составляет 3,6 мкг см$^{-2}$. Яркость, которую имеет изображение объекта в газовой камере при давлении ~ 10^{-2} мм рт. ст., соответствует значениям интенсивности в точках *1* и *2* на кривых для 80 kV и 45 kV соответственно (рис. 2). От этого уровня мы ведем наблюдение за тем, как снижается яркость изображения при наполнении камеры водородом (штриховая линия), воздухом (сплошная линия), хлором (штрих-пунктирная линия), как снижается яркость изображения при уменьшении высоты газового промежутка l от 0,01 до 0,003 см и как влияет на эту зависимость ускоряющее напряжение. При этом наблюдалось, что снижение яркости изображения при напуске газа в камеру сопровождается потерей контраста.

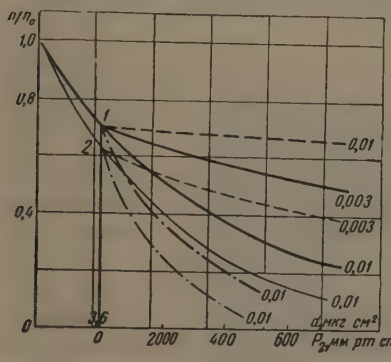


Рис. 2. Изменение относительной плотности электронов на изображении в зависимости от условий наблюдения. Для 80 kV (жирные кривые) и 45 kV (тонкие кривые). Значение l указано у кривых

Как известно, контраст изображения в электронном микроскопе определяется угловым распределением рассеянных электронов, обусловленным физическими свойствами объекта и электронооптическими пара-

метрами системы — ускоряющим напряжением и физической апертурой объектива. Оптимальная апертура объектива определялась по зависимости распределения интенсивности на электронномикроскопическом изображении от апертуры объектива и ускоряющего напряжения при помощи фотографического метода. Она оказалась равной $8 \cdot 10^{-3}$ радиана. При этом выяснилось, что величина минимального контраста мало зависит от апертуры объектива до угла $8 \cdot 10^{-3}$ радиан и значительно возрастает при увеличении ее свыше 10^{-2} радиан. С точки зрения достаточной яркости изображения апертура объектива $8 \cdot 10^{-3}$ радиан может также считаться удовлетворительной.

В связи с тем, что увеличение давления в слое газа вызывает снижение яркости изображения, для восстановления исходной яркости необходимо значительно увеличить нагрузку на объект. Это весьма нежелательно, так как увеличение плотности тока приводит к дополнительному нагреванию объекта. Для снижения термического действия электронов на объект уменьшалась высота газового промежутка и значительно уменьшалась зона облучения объекта электронами за счет помещения над объектом диафрагмы с отверстием малого диаметра (0,02—0,03 мм).

Увеличение числа неупруго рассеянных электронов приводит к снижению качества изображения из-за хроматической аберрации. По эмпирической формуле, выражающей соотношение между толщиной объекта и хроматической ошибкой, показывающей, что разрешаемое расстояние не может быть меньше 0,1 толщины объекта, можно найти, что при максимальном давлении газа оно будет равным 50 Å.

Экспериментально разрешение электронномикроскопического изображения объекта, находящегося в камере, определялось по частицам коллоидного золота, нанесенного на одну из защитных пленок. При давлении в микрокамере 120—170 мм рт. ст. было получено разрешение 80—100 Å, а при давлении 520 мм рт. ст.—120 Å (рис. 3).

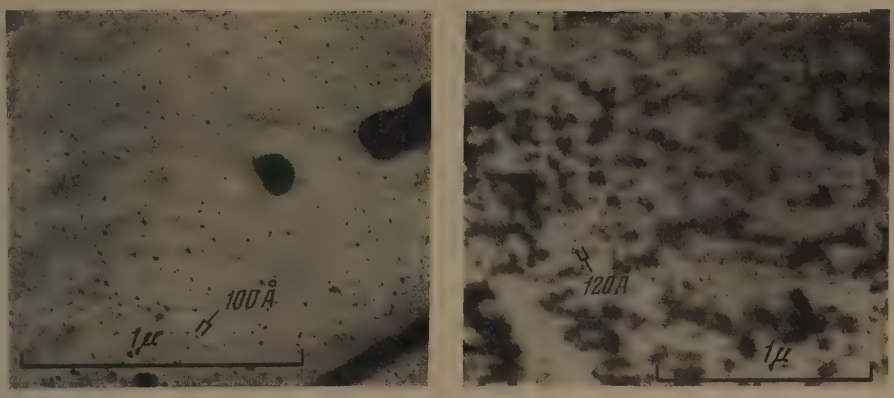
Наблюдение процесса химической реакции

Полученные результаты свидетельствовали о возможности проводить электронномикроскопическое исследование объектов, находящихся в газовой среде, в том числе и наблюдение химических реакций между газообразной и твердой фазами.

В качестве примера нами была выбрана реакция между серебром и газообразным сероводородом в присутствии кислорода. Серебро наносилось испарением в вакууме на пленку одной из диафрагм камеры. Опыты проводились с микрокамерами, имевшими хорошую герметичность.

Перед началом реакции структура исходного слоя проверялась электронномикроскопическим и электронографическим методами. Внешний вид исходного слоя серебра и его электронограмма приведены соответственно на рис. 4, *а* и *а′*. Подавая в камеру смесь газообразного сероводорода (30 мм рт. ст.) и кислорода (10 мм рт. ст.), мы следили за изменением структуры исходного слоя. На наблюдаемом участке через 2 мин с момента подачи газа начиналось движение частиц (рис. 4, *б*). Большая скорость, с которой происходила миграция, не позволяла получить в этот момент резкого снимка при экспозиции 1—2 сек. По электронографической картине было установлено, что этот момент соответствует началу химической реакции: наряду с линиями серебра на электронограмме появились линии Ag_2S. Полное превращение серебра в Ag_2S на наблюдаемом участке окончилось через 3—4 мин (рис. 4, *в* и *в′*). Дальнейшие наблюдения показали, что такое быстрое превращение Ag в Ag_2S произошло в результате термического действия электронов. На соседних участках, экранированных от облучения, сохранялась исходная структура.

При наблюдении процесса реакции в ряде случаев наблюдалось уменьшение количества вещества на облучаемом участке и увеличение на сосед-



а *б*

Рис. 3. Снимки коллоидного золота, полученные с ускоряющим напряжением 80 kV в микрокамере с газовой средой при давлении: *а* — $p = 170$ мм рт. ст., *б* — $p = 520$ мм рт. ст.

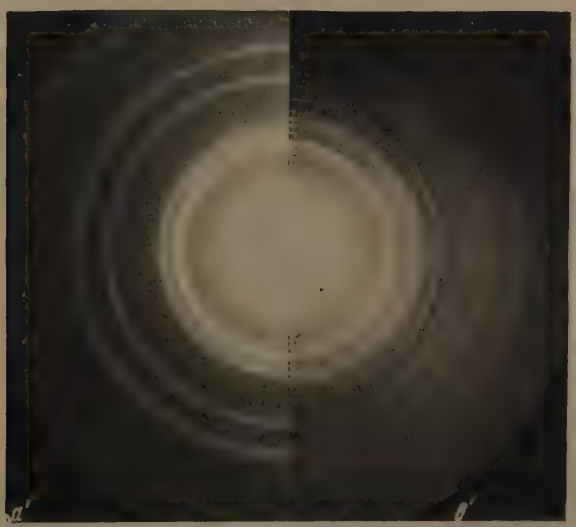


Рис. 4. Электронномикроскопические изображения (*а*, *б*, *в*) и электронограммы (*а′*, *б′*) структуры слоя серебра в процессе реакции с сероводородом и кислородом; $U = 80$ kV; *а*, *а′* — исходный слой, *б* — слой через 2 мин после начала реакции, *в*, *в′* — слой через 4 мин после начала реакции

а

б

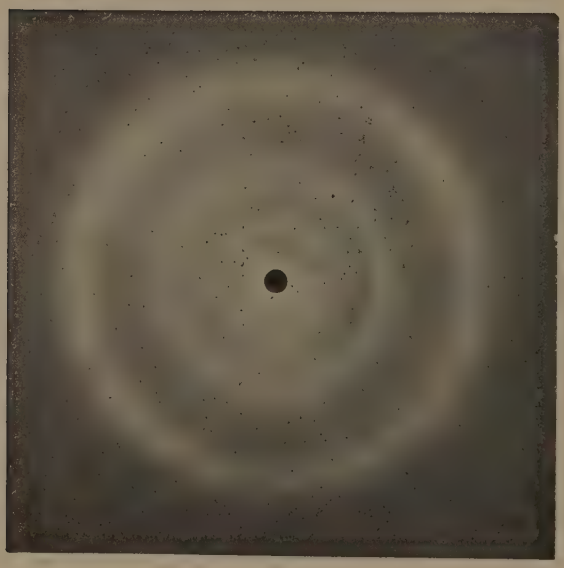


Рис. 6. Электронограммы специально приготовленной пленки платины: *а* — без сектора, *б* — с сектором

Рис. 8. Электронограмма паров CCl_4 с сектором r^3

нем с ним. По-видимому, миграция происходила вследствие значительного перепада температур на облучаемом и необлучаемом участках.

Кроме положительного воздействия электронов, способствующего более быстрому течению реакции, наблюдалось и отрицательное действие их, выражавшееся в образовании на объекте пленки, толщина которой увеличивалась пропорционально времени и интенсивности облучения. Появление пленки приводило к значительному снижению контраста изображения. В том случае, когда реакция шла быстрее, чем процесс образования пленки, можно было наблюдать все этапы реакции. В противном случае реакция прекращалась на одной из начальных стадий. При выборе режима реакции необходимо принимать во внимание это обстоятельство.

Электронномикроскопическое наблюдение процесса реакции между серебром и сероводородом в присутствии кислорода позволило проследить процесс превращения серебра в сернистое серебро и обнаружить при этом, что слой серебра, полученный испарением в вакууме, состоит из агломератов, представляющих собой не отдельные структурные единицы, а совокупность нескольких структурных единиц. В реакцию вступает не весь агломерат, а каждая структурная единица в отдельности с последующим укрупнением за счет коагуляции частиц при превращении серебра в сернистое серебро.

Таким образом, разработанная нами камера и методика исследования показали возможность электронномикроскопического исследования объектов в газовой среде с разрешением не ниже 120 Å при давлении, близком к атмосферному. Применение ее к исследованию химической реакции позволяет проследить в электронном микроскопе процесс реакции между газообразной и твердой фазой на различных этапах реакции.

Цитированная литература

1. Rudenberg R., Österr. Patentschrift, N 137611 (1934); Krause F., Naturwissenschaften, 25, 817 (1937); Schwed. Patent, N 101576 (1938).
2. Abrams J. M., McBain L. W., J. Appl. Phys., 15, 607 (1944); Science, 100, 273 (1944).
3. Ruska E., Kolloid. Z., 100, 212 (1942).
4. Ardenne M. V., Z. Elektrochem., 46, 270 (1940).
5. Стоянова И. Г., Зайцев П. В., ПТЭ, *3* (1959).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Н. М. ПОПОВ

ВЫСОКОВОЛЬТНАЯ ЭЛЕКТРОННАЯ ПУШКА

Настоящее сообщение содержит некоторые выводы по конструкции и расчету электронной пушки с ускоряющим напряжением свыше 100 kV и вообще электронных пушек с V-образным катодом из вольфрамовой проволоки, полученные в процессе разработки и исследования осветительной системы электронного микроскопа с ускоряющим напряжением в 400 kV [1].

Одной из важнейших особенностей высоковольтных пушек является многокаскадность ускорения. Для стабильной работы пушки необходимо, чтобы на двух смежных электродах с вакуумным промежутком не приходилась слишком большая разность потенциалов (по возможности не более 100 kV). Поэтому всю ускоряющую разность потенциалов приходится разбивать промежуточными электродами с принудительными потенциалами на несколько интервалов. Это прежде всего влечет к увеличению длины оптической системы пушки. Кроме того, в оптику пушки приходится вводить промежуточные иммерсионные линзы. Наконец, следует отметить наличие релятивистских явлений, которыми при ускоряющих напряжениях до 100 kV обычно пренебрегают.

Конструкция пушки, при помощи которой велись данные эксперименты, показана на рис. 1. Длина трехкрылых проходных изоляторов в каждом 100 kV-ном каскаде равна 200 мм. С внешней стороны высоковольтные узлы пушки защищены от возникновения короны экранами тороидальной формы из полированного алюминия. Промежуточные электроды пушки имеют цилиндрическую форму. Оптика пушки рассчитана так, что на промежуточных электродах и заземленном аноде не происходит торможения электронов. Поэтому пушка не является источником рентгеновых лучей. Последние излучаются лишь диафрагмами, расположенными ниже — в заземленной колонне микроскопа, где легко может быть осуществлена экранировка свинцом.

Вся пушка вместе с конденсорной линзой имеет механизмы горизонтального перемещения и наклона. Катод перемещается по отношению к пушке специальным механизмом горизонтально и вертикально. Юстировка промежуточных электродов осуществляется по калибру при сборке.

Из четырех иммерсионных линз, составляющих оптику пушки, первая — катодная — очень сильная, а остальные три — очень слабые (вследствие большой начальной скорости электронов). Суммарный эффект трех нижних линз оказался близким к эффекту равномерного поля с той же разностью потенциалов. Катодная линза характеризуется громадным диапазоном скоростей — от тепловых до 100 kV. На всем ее протяжении мы усматриваем три зоны электрического поля, качественно различные по их роли в формировании электронного пучка.

Первая —«зона плоского конденсатора»—расположена у поверхности катода, где кривизна поля не сказывается, а траектории электронов представляют параболы. Вторая — «управляемая зона» (от десятков вольт до киловольт)—характеризуется тем, что траектории электронов в ней существенно зависят от формы электродов и потенциала смещения. Третья—«зона больших скоростей»—простирается до выхода из катодной линзы и практически для управления пучком не пригодна.

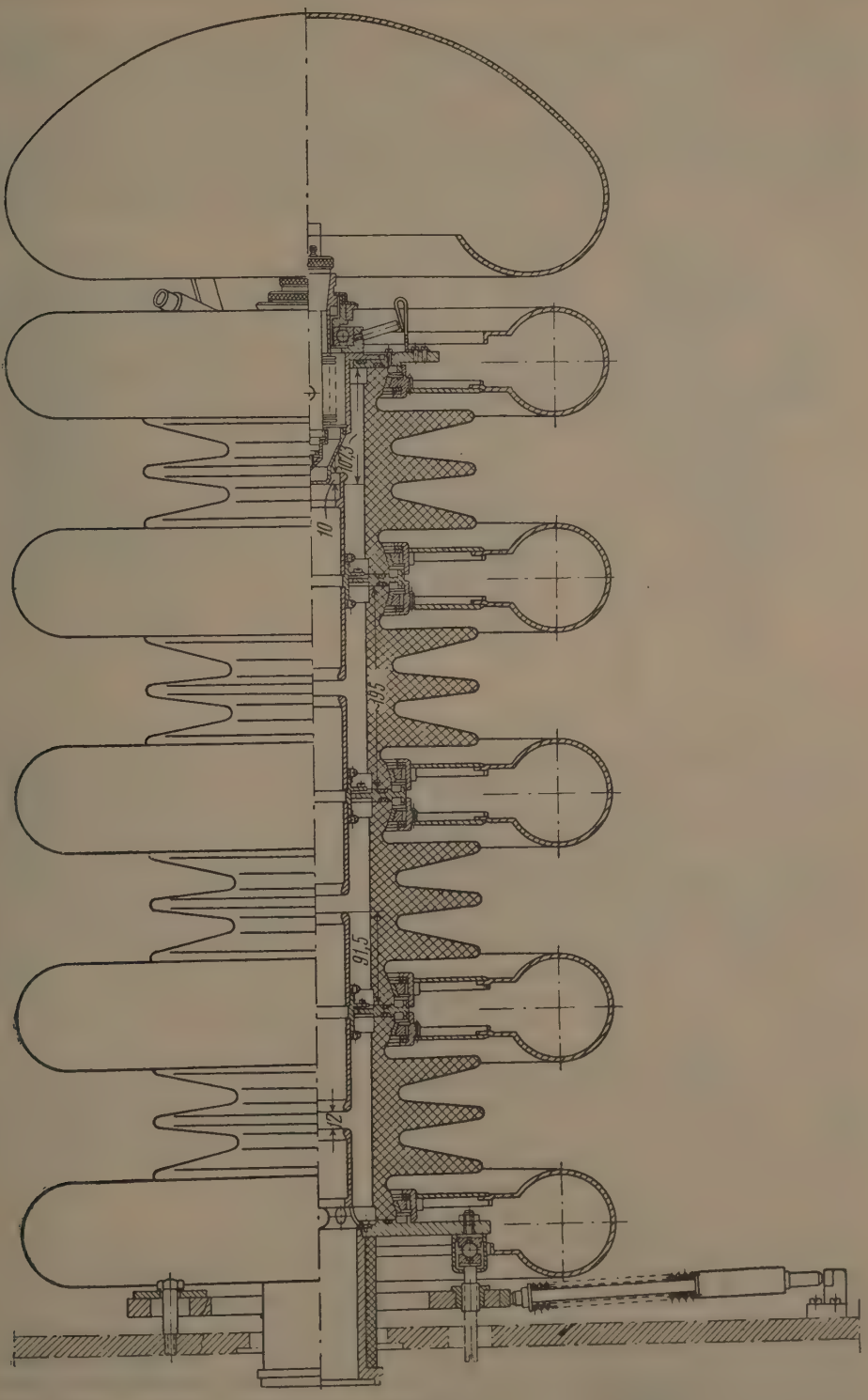


Рис. 1

Для исследования параметров пушки была построена катодная линза, электроды которой показаны на рис. 2. Она сохранилась в эксплуатируемой модели микроскопа на 400 kV. Здесь A — V-образный катод из вольфрамовой проволоки, $Б$ и $В$ — конический и плоский управляющие электроды, находящиеся под одним потенциалом. Диаметр диафрагмы электрода $В$ равен 10 мм. Первый промежуточный электрод пушки (анод первого каскада) имеет цилиндрическую форму, без диафрагмы. В дан-

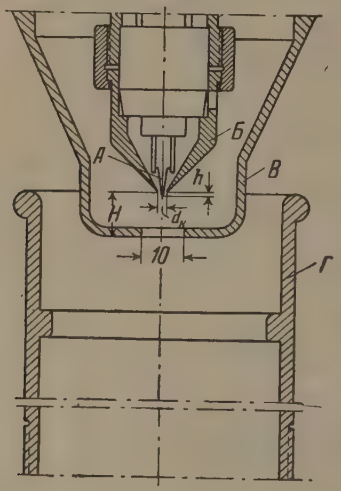


Рис. 2

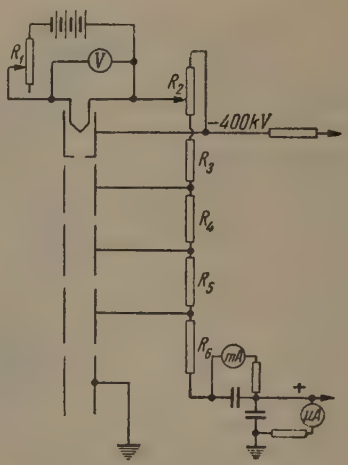


Рис. 3

ном исследовании геометрическими параметрами являлись величины H, h и $d_к$ (рис. 2). Эта форма электродов близка к предложенной Штейгервальдом [2], но при $H=0$ обращается в пушку с цилиндром Венельта.

Принципиальная схема питания пушки показана на рис. 3. Высокое напряжение подано на управляющий электрод пушки. Потенциалы на промежуточные электроды снимаются с делителя R_3, R_4, R_5, R_6. Для регулирования запирающего потенциала применена предложенная нами схема «пропорционального смещения», по которой потенциал смещения на катод взят с регулируемого сопротивления R_2, включенного в цепь делителя напряжения. Если ток эмиссии мал в сравнении с током в цепи делителя, то потенциал смещения остается пропорциональным ускоряющему напряжению при изменениях последнего.

Регулирование накала катода сопротивлением R_1 и контроль по падению напряжения на катоде осуществляются, как обычно. Величина смещения выражается не в единицах потенциала, а величиной сопротивления R_2, при сопротивлении всего столба делителя в 700 MΩ. Ускоряющее напряжение измеряется специальным электростатическим киловольтметром, градуированным по дифракции электронов.

На рис. 4 показано поле вблизи катода, снятое моделированием в электролитической ванне ($А$ — конический управляющий электрод, $Б$ — катод; пунктиром дана запирающая эквипотенциаль, заштрихована эмиттирующая часть катода; $а$, $б$, $в$,— последовательные стадии запирания; схематические траектории электронов даны жирными линиями). По мере запирания пучка эмиттирующая поверхность уменьшается; происходящее при этом изменение формы поля способствует наилучшей концентрации пучка.

В режиме, еще более близком к запиранию, начинает убывать и плотность тока эмиссии. Оптимальным будет такой режим работы пушки, при котором соблюдалась бы благоприятная для фокусировки форма поля, а запирание еще не сказывалось на понижении плотности тока эмиссии.

Теоретическая яркость σ пучка электронной пушки (по Ленгмюру [3])

для случая, когда ускоряющее напряжение велико сравнительно с начальной скоростью электронов:

$$\sigma = \frac{J_0 e\varphi}{\pi kT}. \qquad (1)$$

Здесь σ — яркость, т. е. плотность тока на квадратный сантиметр на единицу телесного угла; φ — полное ускоряющее напряжение пушки, e — заряд электрона, k — постоянная Больцмана, T — абсолютная

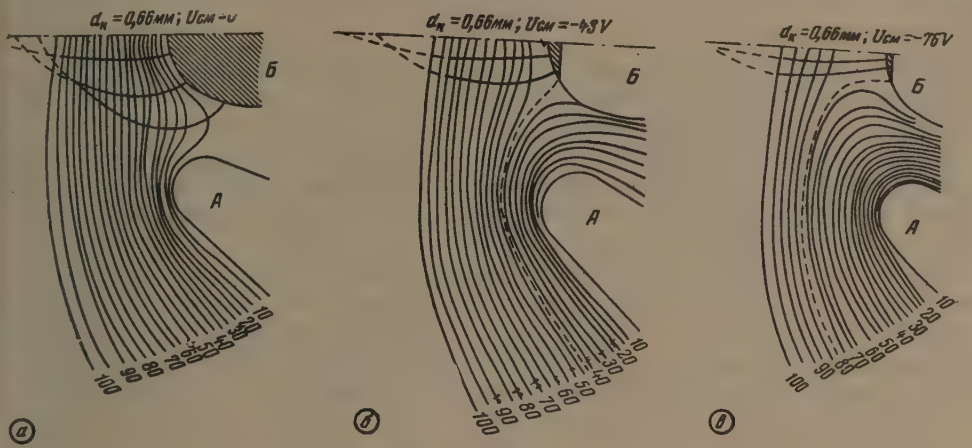


Рис. 4

температура катода, J_0 — плотность тока эмиссии катода. Наиболее вероятная начальная скорость электрона равна $\frac{kT}{e}$. Формула Ленгмюра выведена в предположении, что все электроны, эмиттированные катодом по закону Ламберта, участвуют в формировании пучка.

Плотность тока в пучке J_1 (в амперах на квадратный сантиметр) получим из уравнения (1), выразив телесный угол через угловую апертуру α (в радианах) и введя релятивистскую поправку на φ, выраженное в вольтах:

$$J_1 = \frac{J_0 \alpha^2 e\varphi}{300\, kT}\left(1 + \frac{e\varphi}{2m_0c^2}\right). \qquad (2)$$

Подставляя в (2) числовые значения постоянных величин, получим значение максимальной теоретической плотности тока пучка в любой части колонны микроскопа:

$$J_1 = \frac{11\,600\, J_0 \alpha^2 \varphi}{T}\left(1 + \frac{\varphi}{1\,022\,000}\right). \qquad (3)$$

В реальной катодной линзе пушки, в силу упомянутого несовершенства фокусирующего поля, электроны, выходящие из катода под углами к нормали поверхности катода, близкими к $\pi/2$, фокусируются ближе к катоду и, образуя трубчатый (полый) расходящийся пучок, не участвуют в формировании рабочего — параксиального пучка. Вследствие этого реальная плотность тока в пучке меньше теоретической. Экспериментальная работа Гейне, Эйнштейна и др. [4] показала, что для электронной пушки с V-образным катодом и цилиндром Венельта теоретическая плотность тока достижима при условии соответствующего подбора параметров. Из этого еще, однако, не следует, что она достижима для пушки в любых конкретных условиях.

При экспериментальном определении наивыгоднейших значений H, h, d_k и R_2 угловая апертура измерялась с помощью малой диафрагмы по

диаметру теневого изображения источника электронов по формуле:

$$\alpha = \frac{d_п}{2L}, \tag{4}$$

где $d_п$ — диаметр пятна почернения фотопластинки, который определялся по полуширине кривой распределения интенсивности почернения, L — расстояние от диафрагмы до фотопластинки.

Плотность тока определялась по формуле:

$$J_1 = \frac{4I}{\pi d_d^2}, \tag{5}$$

где d_d — диаметр диафрагмы, I — ток пучка после диафрагмы, измеренный гальванометром при помощи зонда.

Варьируя параметры катодной линзы при диаметре вольфрамовой проволоки катода $d = 125$ μ, удалось путем многочисленных измерений, результаты которых здесь не приводятся, найти режим, при котором достигалась теоретическая яркость пучка. Приводим значения параметров, характеризующих этот режим: $H = 9$ мм, $h = 0{,}05$ мм, $d_к = 0{,}66$ мм*, $R_2 = 240$ кΩ. При этом режиме ток эмиссии $I_э = 200$ μ А, ток накала катода $I_к = 2{,}65$ А, температура катода $T = 2800°$К, плотность тока эмиссии катода $J_0 = 3{,}54$ А см$^{-2}$. Последние цифры вычислены по данным [5], по диаметру проволоки и току накала. Диаметр эмиттирующей области катода можно определить по формуле

$$D_к = 2\sqrt{\frac{I_э}{\pi J_0}}, \tag{6}$$

предполагающей равномерное распределение плотности тока в сечении пучка. На самом деле указанное обстоятельство не соблюдается; поэтому формула (6) может служить лишь для приближенных технических расчетов.

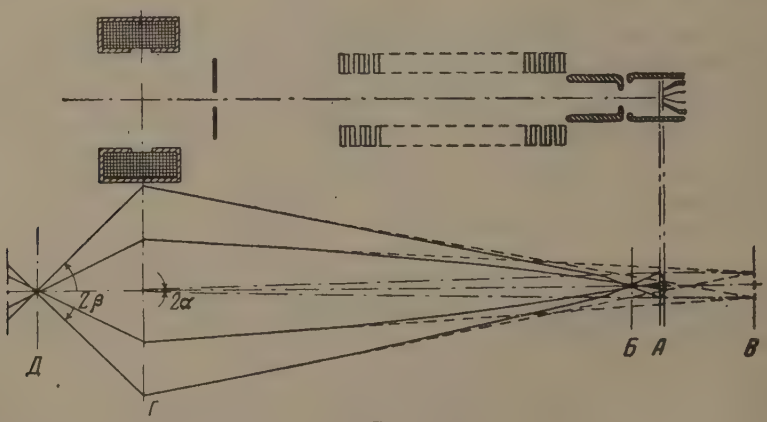


Рис. 5

Аналогично можно вообще определять диаметр пучка D в любой части оптической системы как некий ориентировочный эффективный диаметр:

$$D = 2\sqrt{\frac{I}{\pi J_1}}, \tag{6а}$$

где I — ток пучка.

Для нашего случая из (6) $D_к = 85$ μ, т. е.

$$d = 1{,}5D_к. \tag{7}$$

* Диаметр отверстия конического электрода $d_к = 0{,}66$ — это наименьший диаметр, который удалось выполнить, учитывая габарит катода. С увеличением $d_к$ яркость падает.

Таким образом, из (6) и (7) по заданному току эмиссии определяется наименьший допустимый диаметр проволоки катода.

Для определения координат источника электронов на месте вышеупомянутой диафрагмы устанавливалась сетка с шагом b и фотографировалось ее теневое изображение, на котором измерялся шаг b_1. Если расстояние от сетки до фотопластинки обозначить L_1, а расстояние от сетки до источника электронов z, то

$$z = \frac{L_1 b}{b_1 - b}. \tag{8}$$

Так были найдены координаты действительного сужения пучка и его мнимого изображения. Ход лучей пушки показан на рис. 5. Здесь A — катод, $Б$ — наибольшее сужение пучка, расположенное приблизительно на выходе катодной линзы и являющееся зрачком оптической системы пушки. Далее лучи подвергаются слабой фокусировке промежуточными иммерсионными линзами и входят в конденсорную линзу $Г$ расходящимся пучком, определяющим положение мнимого изображения зрачка B приблизительно на 1 м выше катода. Здесь важно отметить, что оптика пушки почти не поддается управлению, т. е. координаты зрачка и его мнимого изображения существенным изменениям не поддаются (вероятно, при работе с более короткими пушками эти изменения более ощутимы). Апертура на выходе пушки α при 400 kV оказалась равной $1{,}0^{-4}$ rad. Диаметр зрачка $D_з$ из

$$D_з = 2z\alpha \tag{9}$$

оказался 0,2 мм. Аналогично диаметр мнимого изображения зрачка $D_м = 0{,}4$ мм.

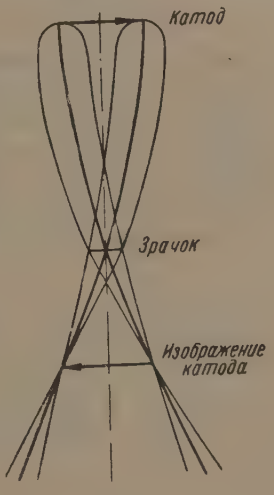


Рис. 6

Для регулирования угловой апертуры, а вместе с ней (согласно (3)) и плотности тока пучка необходимо применять конденсорную линзу, переносящую в плоскость $Д$ (рис. 5) изображение зрачка.

На рис. 6 показан схематический ход лучей в катодной линзе. Главные лучи пучков, показанные на схеме жирной линией, выходя перпендикулярно к поверхности катода, пересекаются в плоскости зрачка. При пропорциональном смещении ход главных лучей не изменяется при изменениях ускоряющего напряжения в силу пропорциональности в любой точке скоростей электронов потенциалам поля (если пренебречь релятивистской поправкой). Это условие не соблюдается лишь в зоне плоского конденсатора, так как начальная тепловая скорость остается неизменной. Это, однако, не имеет значения для хода главных лучей, потому что их направление именно в этой зоне совпадает с направлением вектора поля. Апертуры на выходе электронной пушки всегда малы, а поэтому диаметр пучка определяется только ходом главных лучей и не зависит от угловой апертуры.

Таким образом, при пропорциональном смещении диаметр пучка не изменяется при изменениях ускоряющего напряжения, а вместе с тем остается неизменной и плотность тока пучка. Но из (2) видно, что для выполнения условия неизменности J_1 должна изменяться угловая апертура α. Пренебрегая релятивистской поправкой (в ур-нии (2) в скобках), получим

$$\alpha = \frac{a}{\sqrt{\varphi}}, \tag{10}$$

где коэффициент пропорциональности a может быть определен из (2).

Физически это изменение α происходит вследствие изменения диаметра зрачка за счет изменения расхождения параболических пучков в зоне плоского конденсатора. Релятивистская поправка сказывается в нашем случае лишь на самых слабых линзах пушки и существенно повлиять на результат, описанный формулой (10), не может, что и подтвердилось на опыте.

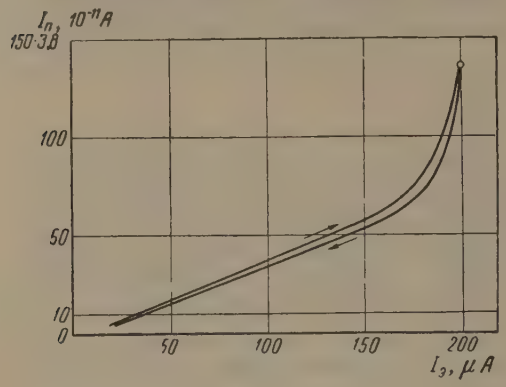


Рис. 7

Для уяснения роли объемного заряда в оптике пушки, настроенной на найденный нами рабочий режим, варьировался накал катода без изменения остальных параметров. На рис. 7 показана полученная при этом зависимость между током эмиссии и током пучка, ограниченного малой диафрагмой. Как видно из левой части кривой, при низких температурах соблюдается пропорциональность, но при повышении накала кривая изгибается вверх, что может быть вызвано только влиянием возникающего объемного заряда. При этом объемный заряд влияет на повышение яркости. Это заставляет предположить, что объемные заряды возникают у поверхности запертой части катода и, влияя на форму поля катодной линзы, способствуют улучшению фокусировки пучка. Поэтому для достижения теоретической яркости пучка пушки приходится поддерживать по возможности более высокую температуру катода.

Цитированная литература

1. Попов Н. М., см. настоящий номер журнала, стр. 436.
2. Steigerwald K. H., Optik, 5, 469 (1949).
3. Langmuir I., Proc. I. R. E., 25, 977 (1937).
4. Haine M. E., Brit. J. Appl. Phys., 3, 40 (1952).
5. Власов В. Ф., Электровакуумные приборы, стр. 53.— Связьиздат, М. (1949).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

В. В. ПОЛИВАНОВ, А. В. ИЗЪЮРОВ и В. В. ИЛЬИН

НЕКОТОРЫЕ ВОПРОСЫ РАСЧЕТА И КОНСТРУИРОВАНИЯ ПИТАЮЩИХ УСТРОЙСТВ ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ

Основная проблема при создании новых питающих устройств электронных микроскопов — все большее уменьшение нестабильности высокого напряжения и токов линз. В этом отношении история развития питающих устройств характеризуется следующей таблицей:

Микроскоп	Разрешение, Å	Высокое напряжение		Нестабильность тока линз, %
		нестабильность, %	пульсация, %	
ЭМ-3 (1949)	60	0,1200	0,0070	0,0050
УЭМ-100 (1951)	50	0,0600	0,0035	0,0016
УЭМБ-100 (1957)	15—20	0,0100	0,0010	0,0010
Эксперим. модель (1958)	—	0,0050	—	0,0005
Нужно согласно теории [1]	Для получения 10	0,0035	—	0,0010
	Для получения 5,5	0,0006	—	0,0005
В лучших зарубежных моделях	10—15	0,0030÷0,0050	—	0,0010

Из сопоставления данных таблицы видно, что для дальнейшего улучшения разрешающей способности отечественных электронных микроскопов необходимо в первую очередь снижать нестабильность высокого напряжения.

1. Снижение нестабильности высокого напряжения

Эксперименты, проведенные в 1958 г., показывают, что путем улучшения принятой для УЭМБ-100 схемы стабилизации можно добиться дальнейшего существенного снижения нестабильности высокого напряжения до уровня, необходимого для получения разрешения 10 Å.

Для этого, по нашему мнению, нужно, во-первых, уменьшить сопротивление цепи отбора стабилизатора, т. е. уменьшить входное сопротивление усилителя (рис. 1, *а*); во-вторых, с целью увеличения сигнала обратной связи необходимо увеличить коэффициент деления в цепи отбора (например полезно включить в качестве нижнего плеча делителя пентод и использовать значительную разницу в значениях его сопротивления постоянному (R_p) и переменному (R_i) току ($R_i > R_p$) (рис. 1, *б*)).

Большое значение имеет постоянная времени стабилизатора. С этой точки зрения весьма перспективным является включение стабилизующего элемента непосредственно в цепь высокого напряжения (рис. 2).

Перспективными являются высокочастотные источники высокого напряжения как с точки зрения возможности стабилизации, так и с точки зрения габаритов и веса. Созданные экспериментальные высокочастотные источники на 50 и 125 kV показали хорошие результаты [2].

2. Снижение пульсаций высокого напряжения

При измерениях пульсаций высокого напряжения было замечено большое расхождение между расчетными и измеренными значениями пульсаций. Это несоответствие побудило нас внимательно изучить высоковольт-

ные выпрямители и фильтры. Удалось установить, что ошибки расчета были следствием того, что не принималась во внимание особенность режима работы высоковольтных источников — высокие напряжения и очень малые токи нагрузки. В таком режиме основная причина возникновения пульсаций — не полезный ток внешней нагрузки, а внутренние процессы, присущие схеме и конструкции данного источника.

Распространенной схемой получения высоких напряжений до 100 kV является двухполупериодная схема удвоения (рис. 3). Емкость C_x, изображенная светлым прямоугольником, представляет собой суммарную емкость между землей и всеми элементами выпрямителя, находящимися под пульсирующим высоким напряжением. Вместе с емкостью C_1 эта емкость образует цепь для переменного тока, источником которого является трансформатор. Обычно $C_x \approx 100$ pF, что при напряжении на трансформаторе 50 kV дает переменный ток около 1,5 mA. Конденсатор C_1 является в этом случае дополнительным большим источником пульсаций с частотой сети. Полезный ток нагрузки, величина которого обычно не превышает 100 μA, создает значительно меньшие пульсации с удвоенной частотой сети. Однополупериодная схема удвоения (рис.4) свободна от этого недостатка, так как емкостные токи между ее элементами замыкаются до вентилей и не оказывают влияния на выходное напряжение.

Следовательно, с точки зрения подавления пульсаций для высоковольтных источников, работающих в режиме малых нагрузок, однополупериодная схема удвоения более целесообразна, чем двухполупериодная. Эксперимент показывает, что переход к однополупериодной схеме дает возможность с тем же фильтром снизить пульсации высокого напряжения в 10—15 раз по сравнению с двухполупериодной схемой.

Переход к однополупериодной схеме далеко не полностью устраняет указанное выше несоответствие между расчетной и измеренной величинами пульсаций.

Результаты экспериментальных исследований показали, что в случае, когда выпрямитель и фильтр находятся в общем масляном баке, величина пульсаций быстро увеличивается с ростом напряжения, практически не зависит от изменений тока нагрузки (в пределах малых токов) и уменьшается при закорачивании фильтровых, особенно выходных, сопротивлений. Эти результаты, особенно последний, указывают на то, что значительная доля пульсаций обусловлена наводками. Источником наводок является переменное электрическое поле конденсатора C_x, в которое попадают и элементы фильтра. Конструктивное разделение выпрямителя и фильтра полностью устраняет явление наводок и в 50—100 раз снижает пульсации высокого напряжения.

При расчете, кроме указанных выше двух основных причин, следует также учитывать ряд других, менее существенных, причин появления пульсаций. К ним относятся наводки через высокочастотный трансформатор накала катода, влияние измерительной цепи тока высокого напряжения, обратные токи селеновых вентилей. Первые две причины практически легко устраняются, последняя, как показали измерения, дает очень небольшой прирост пульсаций.

3. Улучшение схемы стабилизатора тока линз

Для стабилизации токов линз чаще всего применяется в настоящее время электронный стабилизатор тока последовательного типа с отрицательной обратной связью (рис. 5). Анализ этой схемы показывает возможность ее улучшения. На напряжение управляющей сетки стабилизующей лампы $Л_2$ влияют в основном две противоречивые причины — изменение входного напряжения и усиленный сигнал обратной связи:

$$\Delta U_{g_2} = \frac{R_{i_1}}{R_{i_1} + R_{a_1}} \Delta U_{вх} - \mu_1 \frac{R_{a_1}}{R_{a_1} + R_{i_1}} \Delta U_R .$$

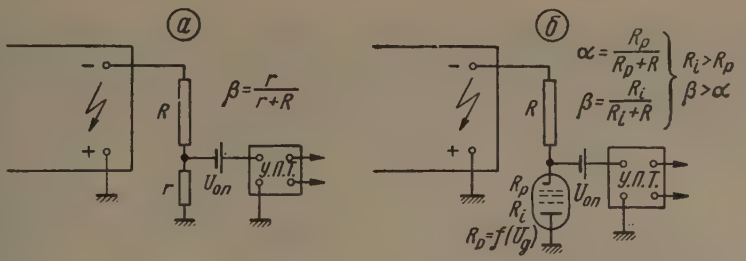


Рис. 1. Цепи отбора в стабилизаторе высокого напряжения: *а* — с омическим делителем, *б* — с делителем из сопротивления и пентода

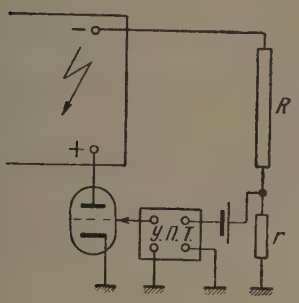


Рис. 2

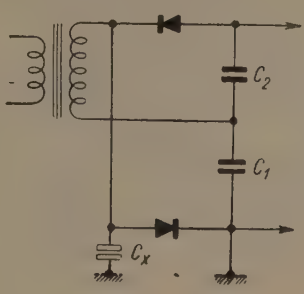


Рис. 3

Рис. 2. Принципиальная схема стабилизатора высокого напряжения со стабилизующим элементом в цепи высокого напряжения

Рис. 3. Двухполупериодная схема удвоения напряжения

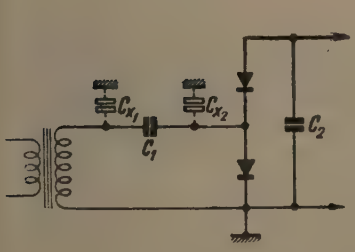


Рис. 4

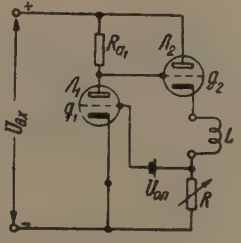


Рис. 5

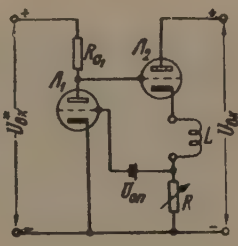


Рис. 6

Рис. 4. Однополупериодная схема удвоения напряжения

Рис. 5. Типовая схема стабилизатора тока

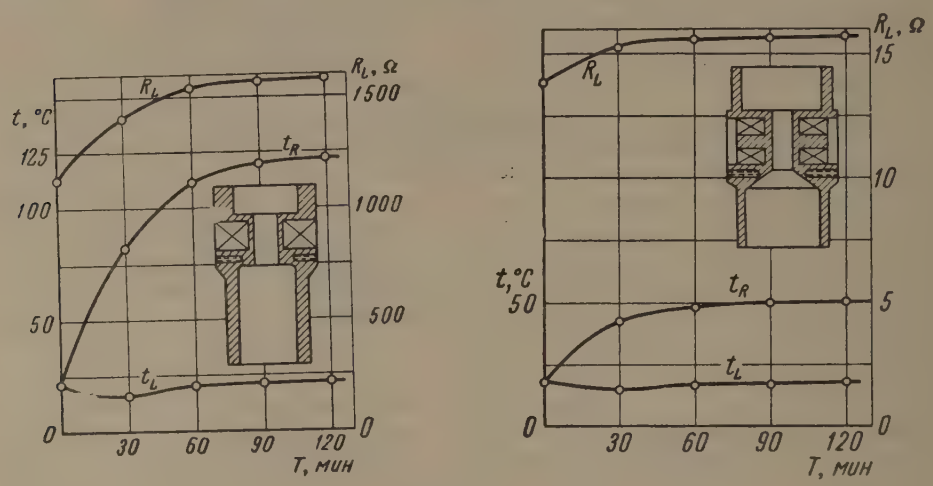
Рис. 6. Стабилизатор тока с питанием анода усилительной лампы от стабилизованного источника напряжения. $U_{вх}^*$ — стабилизованное напряжение

Первое слагаемое отражает вредное прямое влияние нестабильности входного напряжения на работу стабилизатора. Нежелательное действие его можно свести практически на нет, если анодную цепь усилительной лампы питать стабилизованным напряжением (рис. 6). Питание анода усилительной лампы стабилизованным напряжением дает возможность снижать нестабильность токов линз до значений 0,001% и меньше.

4. Нагрев обмоток линз

При расчете схем электронных стабилизаторов тока для питания линз некоторую трудность представляет совмещение широкого диапазона регулировки токов с допустимым режимом ламп. На ширину этого диапазона существенное влияние оказывает изменение сопротивления обмотки линзы в связи с ее нагреванием под действием тока.

Мы произвели измерения, которые показали, что обмотки линз сильно нагреваются даже при наличии интенсивного водяного охлаждения. На рис. 7 и 8 показаны изменения температуры корпуса линзы t_L, температуры провода обмотки t_R и его сопротивления R_L для двух конструкций объективных линз микроскопов УЭМ-100 (рис. 7а) и УЭМБ-100 (рис.7б)



а Рис. 7 *б*

а — изменение температуры корпуса и сопротивления обмотки линзы микроскопа УЭМ-100: R_L — сопротивление обмотки линзы, t_R — температура обмотки линзы, t_L — температура корпуса линзы; *б* — изменение температуры корпуса и сопротивления обмотки линзы микроскопа УЭМБ-100

при прочих равных условиях. Из приведенных кривых видно, что сопротивление и температура обмотки особенно быстро изменяются в первые 30—40 мин работы. Водяное охлаждение хорошо охлаждает корпус линзы, но не обмотку, очевидно ввиду наличия изоляции провода. Полезно введение промежуточного латунного диска, как это сделано в конструкции линзы микроскопа УЭМБ-100.

Быстрые изменения сопротивления обмотки линзы в первое время после включения напряжения вынуждают при желании реализовать максимальную разрешающую способность линзы, приступать к работе не раньше чем через 30—40 мин после включения.

5. Некоторые вопросы конструирования питающих устройств

До недавнего времени во всех отечественных электронных микроскопах блоки питающего устройства, за исключением высоковольтных, размещались внутри стенда прибора и их конструкция приспосабливалась к размерам и формам стенда. Однако развитие электронных микроскопов влекло за собой постепенное наращивание числа блоков и их усложнение. Размещение блоков внутри стенда требовало тщательной разработки их конструкций применительно к каждому новому варианту микроскопа.

В настоящее время в питающих устройствах 100 kV микроскопов и электронографов имеются в основном установившиеся схемы узлов, которые в различных комбинациях повторяются в тех или иных моделях приборов. К таким узлам можно отнести: выпрямитель и стабилизатор для питания линз, высоковольтные выпрямитель и фильтр, стабилизатор высокого напряжения до 100 kV, источники накала и смещения электронной пушки, т. е., по существу, узлы, составляющие основу питающего устройства любого 100-kV микроскопа и электронографа.

Ввиду этого стало вполне актуальным создание ряда типовых, универсальных блоков, одинаково пригодных для питания аналогичных узлов различных приборов, и блочное построение всего питающего устройства. Однако переход на блочный принцип построения требует конструктивного разделения собственно микроскопа и его питающего устройства. Такое разделение имеет, кроме конструктивных и технологических, также и некоторые принципиальные преимущества. Так, например, от колонны микроскопа удаляются источники магнитных переменных полей и механических вибраций, которыми являются трансформаторы. Такое разделение удобнее и практичнее с точки зрения эксплуатации и ремонта. Поэтому мы считаем целесообразным конструктивное выделение блоков питающего устройства из стенда 100 kV микроскопа.

Конструктивное разделение микроскопа и питающего устройства проведено в ряде зарубежных микроскопов и в советском электронном микроскопе УЭМБ-100.

Для приборов с напряжением 50—60kV, если учитывать их более низкие требования по стабилизации, меньший универсализм и, следовательно, более простую схему питающего устройства, а также их компактность, такое конструктивное разделение, по нашему мнению, не целесообразно.

С переходом к высоким разрешениям порядка 15—10 Å и выше резко повышаются требования к отдельным элементам схемы питающего устройства. Появляется необходимость тщательного индивидуального отбора и проверки сопротивлений, конденсаторов, ламп, сопротивлений, переходных контактов и т. д., в противном случае требуемые результаты не могут быть получены.

Изложенные работы были проведены в связи с разработкой питающего устройства для нового микроскопа УЭМБ-100 [3], обладающего высоким разрешением в 15 Å.

Цитированная литература

1. Leisegang S., Optik, **11**, *2*, 51 (1954).
2. Поливанов В. В., Диссертация.— Москва, 1953.
3. Стоянов П. А., Поливанов В. В., Михайловский Г. А., ПТЭ, *4*, 55 (1958).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Г. В. ДЕР-ШВАРЦ и К. А. НЕТРЕБЕНКО

ВЫЧИСЛИТЕЛЬНАЯ УСТАНОВКА ДЛЯ РАСЧЕТА ПОЛЕЙ ЭЛЕКТРОННООПТИЧЕСКИХ СИСТЕМ

Одной из основных задач, возникающих при конструировании электронно-оптических систем, является расчет электрических и магнитных полей. Этот расчет сводится обычно к численному решению различных краевых задач для уравнений Лапласа и Пуассона.

Можно показать [1], что для решения таких задач целесообразно пользоваться специализированной вычислительной аппаратурой, сочетающей принципы дискретного и непрерывного счета.

Нами спроектирована и частично уже осуществлена специализированная вычислительная установка, предназначенная для расчета полей, обладающих вращательной симметрией. Ниже приводятся основные сведения о конструкции этой установки.

Структурная схема

Блок-схема специализированной вычислительной установки приведена на рис. 1. Приближенные значения потенциалов поля получаются на сеточном электроинтеграторе *1*. Они измеряются цифровым автоматическим потенциометром *2* и печатаются на бумаге в десятичной или восьмиричной системе. Одновременно ведется запись на магнитную ленту двоичным кодом. Уточнение полученного первого приближения [1] осуществляется цифровым итерирующим устройством, состоящим из арифметического блока *3* и запоминающего устройства *4* на магнитной ленте с несколькими дорожками.

Сеточный электроинтегратор*

Сеточный интегратор, входящий в состав установки, предназначен для интегрирования уравнения:

$$\frac{\partial^2\varphi}{\partial r^2}+\frac{1}{r}\cdot\frac{\partial\varphi}{\partial r}+\frac{\partial^2\varphi}{\partial z^2}=0.$$

Узловые точки электрической сетки соответствуют узлам квадратной сетки на плоскости r, z.

Ориентация узлов относительно осей координат показана на рис. 2. Сопротивления, образующие сетку, рассчитаны по формулам, приведенным в [1]. Для задач электронной оптики эти формулы дают более точную аппроксимацию, чем предлагаемые иногда логарифмические [2].

Общее число узловых точек — около 2500 : 64 узла вдоль оси z и 40 узлов вдоль направления r. Общее число сопротивлений — около 5000; из них половина имеет величины от 1 до 2 kΩ, одна треть — от 2 до 5 kΩ, остальные — от 5 до 160 kΩ. Сопротивления изготовлены из манганиновой проволоки и состоят из двух частей: основной, намотанной с точностью порядка 1%, и добавочной, сводящей погрешность к величине порядка 0,03—0,01%.

---

* В изготовлении интегратора принимали участие техники О. Б. Белоножко и В. Н. Взоров.

Для задания граничных условий используется делитель напряжения, который представляет собой секционированное сопротивление, имеющее 128 секций. Полное сопротивление делителя — около 5 Ω. Используя только 100 секций делителя, можно задавать граничные потенциалы от 0 до 1 через 0,01 в обычной десятичной системе. Включив 120 секций, можно задавать дробные числа со знаменателями, кратными 3 и 8. Если же использовать все 128 секций, то можно задавать потенциалы, рассчитанные в восьмиричной системе. Это может оказаться более удобным при работе интегратора совместно с цифровыми устройствами*.

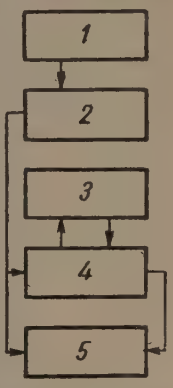


Рис. 1. Блок-схема установки: *1* — сеточный интегратор, *2* — автоматический потенциометр, *3* — арифметический блок, *4* — магнитная лента, *5* — печатающее устройство

Для задания потенциалов с тремя и четырьмя знаками применяется набор делителей напряжения, работающих по принципу суммирования токов [3]. Эти делители используются либо для дополнительного деления напряжения одной из секций основного делителя, либо включаются непосредственно к базисному напряжению.

Схема одной декады такого делителя, позволяющая устанавливать на выходе напряжения от 0 до 0,9 входного напряжения через 0,1, приведена на рис. 3. На декаду требуется всего четыре сопротивления и один переключатель на 10 положений. Четыре перекидных контакта, показанных на рис. 3, управляются четырьмя дисками с соответствующим расположением кулачков. Кроме того, имеется несколько аналогично устро-

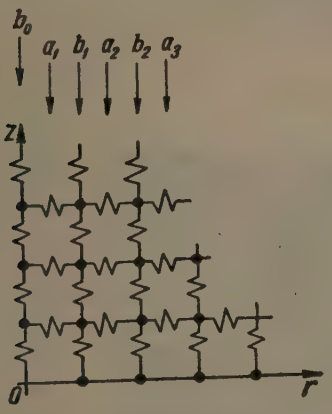


Рис. 2

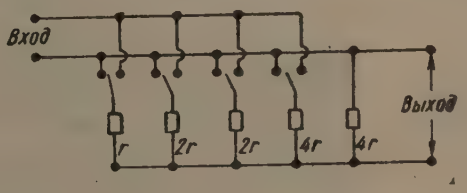


Рис. 3

Рис. 2. Схема электрической сетки интегратора. Сопротивления вычисляются по формулам: $a_n = \frac{b_0}{2(2n-1)}$ и $b_n = \frac{b_0}{4_n}$

Рис. 3. Схема одной декады делителя напряжения

енных делителей с восьмиричной шкалой. Сетка питается от стационарной аккумуляторной батареи напряжением около 30 V и емкостью порядка 240 А час. Сетка разбита на 40 блоков, каждый из которых содержит 64 узловые точки, образующие квадрат 8×8. Общий вид блока сетки показан на рис. 4, а самого интегратора на рис. 5.

Каждая узловая точка имеет вывод на сравнительно небольшую лицевую вертикальную панель блока. Этот вывод используется для задания

* Если при этом вести все вспомогательные вычисления при помощи восьмиричного арифмометра, то применение восьмиричной системы не вызывает никаких неудобств и не требует специального обучения обслуживающего персонала.

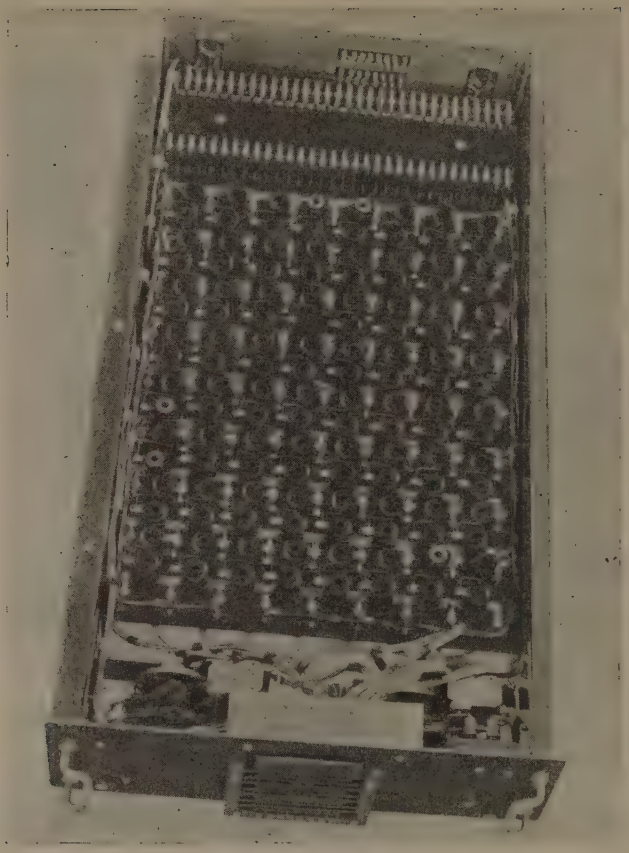


Рис. 4. Блок сетки интегратора

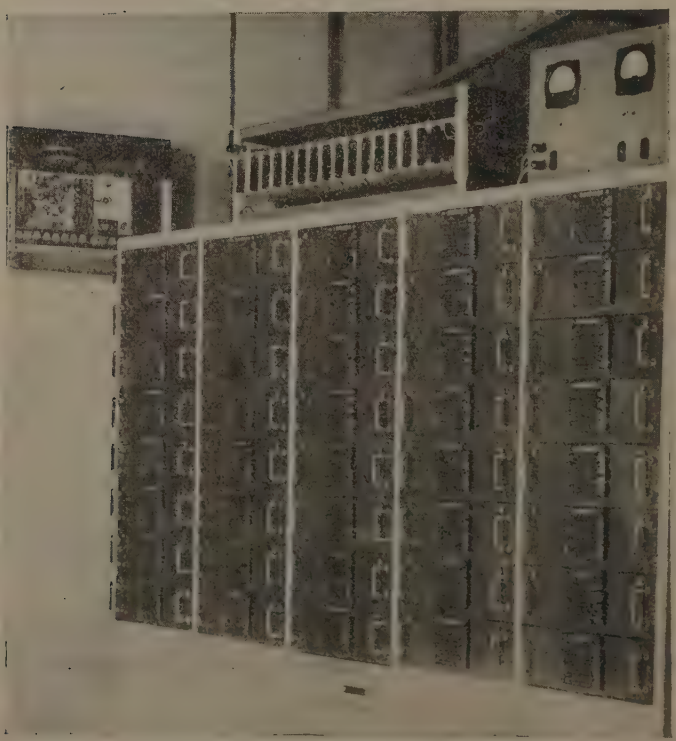


Рис. 5. Общий вид интегратора

граничных условий. Для подключения автоматического измерительного устройства по очереди ко всем узлам сетки используются шаговые искатели, вмонтированные внутри блоков. Сопротивления размещены на горизонтальной внутренней панели размерами 270×400 мм. Блоки соединяются между собой при помощи штеккерных разъемов, размещенных на их задних стенках. Ответные части разъемов смонтированы на задней неподвижной панели корпуса интегратора. Описанная блочная конструкция обеспечивает компактность, простоту монтажа и удобство осмотра и ремонта сетки.

Разработан также другой вариант конструкции интегратора, позволяющий упростить профилактическую проверку сетки и отыскание повреждений. В этом варианте сетка разбивается на части, каждая из которых содержит всего два «вертикальных» ряда сопротивлений — ряд a_n и ряд b_n (см. рис. 2). С целью экономии разъемов и упрощения монтажа блоки сетки в этом варианте располагаются в шахматном порядке в двух рядах — переднем и заднем. Неподвижная панель с разъемами отсутствует, и блоки соединяются друг с другом непосредственно: ответные части разъемов для блоков переднего ряда смонтированы на задних блоках; при этом все узловые точки имеют выводы на лицевых панелях блоков переднего ряда.

Для проверки точности интегратора было получено аналитическое решение для распределения потенциала в трубчатой линзе, состоящей из двух труб равного диаметра D, разделенных зазором $S = D/2$. При этом предполагалось, что потенциал в зазоре нарастает линейно. Сопоставление данных расчета с данными интегратора показало, что максимальная погрешность имеет порядок 0,05 %.

Автоматическая измерительная и регистрирующая аппаратура

Измерение и регистрация данных, получаемых на сеточном интеграторе, полностью автоматизированы. Измерение потенциалов осуществляется цифровым автоматическим потенциометром, состоящим из измерительного делителя по схеме рис. 3, переключателя измерительного делителя, образованного системой электромагнитных реле с самоблокировкой, электронного нуль-индикатора с автоматической стабилизацией нуля и вращающегося программирующего переключателя, управляющего работой реле [4].

На блок-контактах реле получается двоично-десятичный код измеренного напряжения. Возможен визуальный отсчет показаний по неоновым лампочкам. Подекадный перевод из двоично-десятичной в десятичную систему осуществляется четырьмя электромагнитными реле, которые имеют в общей сложности девять групп контактов, работающих на переключение.

Регистрация измеренных напряжений производится десятичными цифрами на бумаге при помощи печатающей машины. Сначала для печати использовалась бухгалтерская машина типа СДУ, снабженная системой электромагнитов для управления клавишами. Затем было разработано автоматическое печатающее устройство на базе электрифицированной пишущей машинки типа «Рейнметалл» (Гс Э). Эта же печатающая машинка может использоваться и для вывода уточненных значений потенциалов поля с магнитной ленты.

Для измерения сопротивлений сетки при профилактической проверке и ремонте используется автоматический цифровой мостик, по принципу действия аналогичный потенциометру. Для работы с цифровыми вычислительными устройствами имеется также автоматический потенциометр с двоичной шкалой и предусмотрена возможность регистрации его показаний на бумаге в восьмиричной системе.

В заключение заметим, что описанная здесь вкратце измерительная аппаратура оказалась заметно проще аналогичных приборов с переключателями на шаговых искателях (см., например, [5]).

Цифровое итерирующее устройство

Уточнение значений потенциалов, найденных на сеточном интеграторе с тремя-четырьмя достоверными десятичными знаками, ведется на цифровой вычислительной машине. В настоящее время первое приближенное решение записывается на однодорожечную магнитную ленту, с которой затем оно может быть переписано в память универсальной цифровой машины. В дальнейшем уточнение решения будет проводиться на специализированной цифровой машине. Эффективность таких машин при решении задач математической физики и, в частности, при решении уравнений Лапласа и Пуассона показана в [1 и 6].

Цифровая машина, находящаяся сейчас в стадии макетирования, состоит из довольно простого арифметического устройства и оперативного запоминающего устройства, основанного на применении стандартной магнитной ленты с несколькими дорожками.

Цитированная литература

1. Дер-Шварц Г. В., Нетребенко К. А., Электричество, *5*, 51 (1958).
2. Liebmann G., Resistance-network analogues. Proceedings of the International Analogy Computation Meeting.— Brusseles, 1955.
3. Нетребенко К. А., Измерит. техника, *4*, 70 (1958).
4. Дер-Шварц Г. В., Нетребенко К. А., Приборостроение, *9*, 160 (1958).
5. Шляндин В. М., Измерит. техника, *4*, 247 (1956).
6. Leondes C., Rubinoff M., Trans. Amer. Inst. Electr. Engrs., Part I, 303 (1952).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

П. А. СТОЯНОВ и В. В. МОСЕЕВ

ЗАЩИТА ЭЛЕКТРОННЫХ МИКРОСКОПОВ ОТ ВОЗДЕЙСТВИЯ ВНЕШНИХ МАГНИТНЫХ ПОЛЕЙ

С развитием и совершенетвованием конструкций электронных микроскопов и созданием приборов с высокой разрешающей способностью появилась необходимость в хорошей экранировке колонны микроскопа от внешних магнитных полей. Особенно опасно проникновение в колонну переменного магнитного поля. Простой расчет показывает, что в микроскоп, разрешение которого составляет 5—10 Å, не допускается проникновение переменного магнитного поля, превышающего 10^{-6} Oe.

Снизить величину переменного поля в колонне прибора до столь малых значений можно двумя путями: 1) снижением величины внешних магнитных полей и 2) усилением экранировки. Первое достигается путем удаления от прибора электрической аппаратуры, являющейся источником внешних полей. Однако имеется ряд источников паразитных полей, таких как мотор форвакуумного насоса, печь диффузионного насоса, электрические провода и т. п., которые в силу необходимости расположены в непосредственной близости от колонны микроскопа. В связи с этим необходимо тщательно экранировать прибор.

Паразитные постоянные магнитные поля внутри колонны микроскопа создаются в результате остаточного намагничивания деталей прибора и наличия полей рассеивания магнитных линз. Они нарушают юстировку прибора и тем самым ухудшают его разрешающую способность. При помощи высококачественных экранов влияние постоянных магнитных полей также можно снизить.

В реальных условиях работы электронного микроскопа частота переменного магнитного поля, в котором он находится, равна 50 Hz. Имеются и высшие гармоники. Однако амплитуды высших гармоник по сравнению с амплитудой поля основной частоты малы, и их можно не учитывать. Поэтому все исследования производились в переменном поле частотой 50 Hz.

Магнитное поле, существующее возле колонны микроскопа, измерялось при помощи пробной катушки. Величина э. д. с., наводимой в катушке этим полем, измерялась ламповым вольтметром ЛВ9-2. Измерения производились вокруг колонны микроскопа УЭМ-100. Внешние магнитные поля были замерены как после поочередного включения тех или иных блоков и агрегатов микроскопа, так и при одновременной их работе. В результате были выявлены наиболее сильные источники паразитных полей. Оказалось, что таковыми являются: мотор форвакуумного насоса, феррорезонансные стабилизаторы и печь диффузионного насоса. При включении мотора форвакуумного насоса и печи диффузионного насоса микроскопа УЭМ-100 поле около объективной линзы достигает величины $5 \cdot 10^{-4}$ Oe. После включения всех блоков микроскопа оно возрастает до $8 \cdot 10^{-4}$ Oe. Около проекционной линзы поле достигало еще большей величины (10^{-3} Oe). Если учесть, что внутри колонны микроскопа допускаются поля примерно в 1000 раз меньшей величины, то экраны, устанавливаемые в колонне микроскопа, должны обладать довольно большим коэффициентом экранировки.

В качестве экранов можно использовать монолитные, точеные или многослойные, свернутые из листового материала, цилиндры. Магнитный материал должен обладать высокой начальной магнитной проницаемостью и малой коэрцитивной силой. Этим требованиям удовлетворяет пермаллой. В данной работе экраны изготавливались из пермаллоя марки 79 НМ.

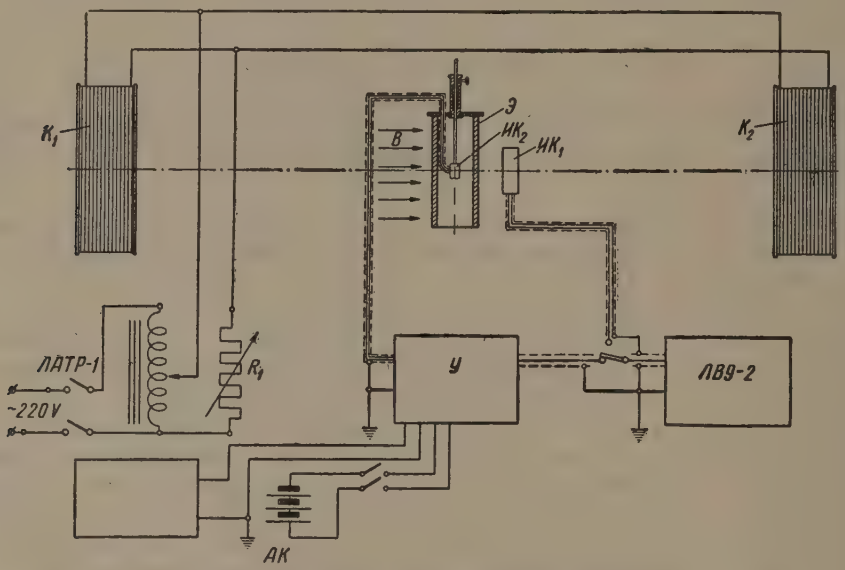


Рис. 1. Блок-схема измерительной установки

Для измерения полей в колонне микроскопа и в отдельных ее узлах (тубусы и сами экраны) была собрана установка, блок-схема которой показана на рис. 1. При помощи двух катушек большого размера (K_1 и K_2) в области расположения объекта исследования создавалось практически однородное магнитное поле. Амплитуда поля регулировалась изменением тока возбуждения катушек. Внутри экранированного пространства помещалась измерительная катушка. Электродвижущая сила, наводимая в катушке паразитным полем, усиливалась с помощью избирательного измерительного усилителя и измерялась ламповым вольтметром ЛВ9-2.

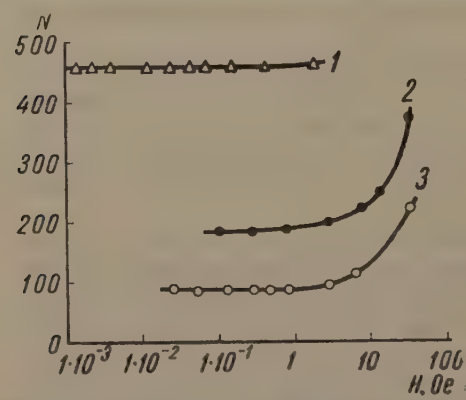


Рис. 2. Зависимость коэффициента экранировки от величины внешнего поля: *1* — длина экрана $L = 125$ мм, внешний диаметр $d = 60$ мм, толщина стенки $t = 6$ мм; *2* — $L = 202$, $d = 40$, $t = 2{,}5$; *3* — $L = 180$, $d = 30$, $t = 2{,}5$

Усилитель имел следующие параметры: коэффициент усиления составлял 56 000; уровень шумов и наводок, благодаря тщательной экранировке его элементов и применению в качестве источников питания батарей, составлял величину порядка 10^{-7} V. Все же в ряде случаев, когда коэффициент экранировки оказывался очень большим и поле внутри экрана не удавалось замерить, приходилось увеличивать внешнее поле (за коэффициент экранировки было принято отношение величины внешнего поля к внутреннему). Предварительно было проверено, что с увеличением внешнего поля до определенной величины коэффициент экранировки не меняется. Проверка состояла в том, что для нескольких экранов, обладавших различными геометрическими размерами, была снята зави-

симость коэффициента экранировки от величины внешнего поля. Соответствующие кривые приведены на рис. 2. Согласно этим данным коэффициент экранировки не меняется при увеличении внешнего поля почти до 1 Ое.

Коэффициент экранировки цилиндрического экрана зависит от его геометрических размеров, термической обработки пермаллоя и конструк-

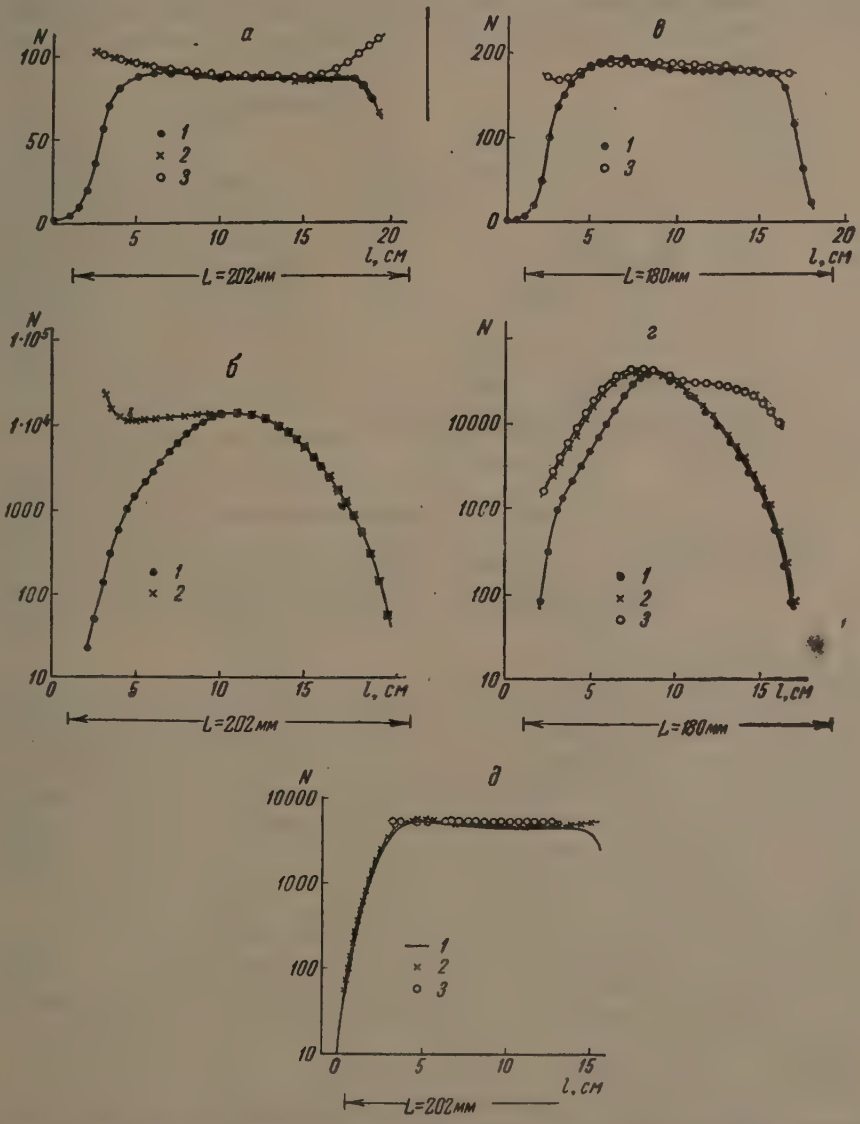


Рис. 3. Кривые распределения коэффициента экранировки вдоль оси экранов: *а* и *б* — $d = 40$, $t = 2{,}5$; *в* и *г* — $d = 30$, $t = 2{,}5$; *д* — коаксиальные цилиндры с $d = 40$, $t = 2{,}5$ и $d = 30$, $t = 2{,}5$, соответственно; *а*, *в* и *д* — цилиндры не отжигались, *б* и *г* — отжигались; *1* — цилиндры с открытыми концами, *2* — цилиндры с одной крышкой, *3* — цилиндры с двумя крышками. Расположение цилиндров показано под кривыми

ции экрана (однослойные, многослойные и составные экраны). На рис. 3 приведены результаты измерения коэффициента экранировки цилиндрических экранов, имевших различные геометрические размеры и прошедших различную термическую обработку. Так, на рис. 3, *а* изображена кривая *1* распределения коэффициента экранировки вдоль оси экрана. Этот экран не отжигался. Коэффициент экранировки внутри экрана

не меняется и только около концов, вследствие проникновения внешнего поля, падает почти до единицы. Нуль на оси абсцисс рис. 3 соответствует начальному измерению и не совпадает, вообще говоря, с положением левого конца экрана, показанным схематично под графиком. Это же замечание относится к рис. 4—8.

Если экраны закрыть с обоих концов крышками, то проникновение поля уменьшается и ход кривой на концах, как и следовало ожидать,

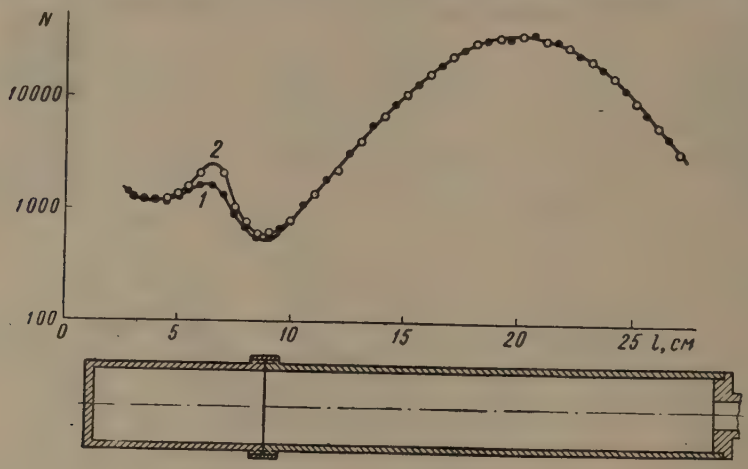


Рис. 4. Кривые распределения коэффициента экранировки вдоль оси экрана для торцового стыка: $L = 202$, $d = 40$, $t = 2{,}5$; *1* — гайка латунная, *2* — гайка из пермаллоя

изменяется (кривая *2*). Если крышка стоит только на одном конце цилиндра, то и ход кривой изменяется только на этом конце (кривая *3*).

Коэффициент экранировки этого цилиндра почти на всем его протяжении равен 90. Тот же цилиндр после высокотемпературного отжига в вакуумной печи обладает совершенно иными свойствами. Максимальное значение коэффициента экранировки (см. кривую *1* рис. 3, *б*) превышает 10 000. В обе стороны от середины экрана коэффициент экранировки круто падает, так как относительное влияние поля, проникающего через открытые концы цилиндра, по понятным причинам возрастает.

Как и в предыдущем случае, с помощью крышки на конце цилиндра проникновение внешнего поля можно ликвидировать (кривая *2*). На рис. 3, *в* и *г* приведены аналогичные кривые для цилиндра меньшего диаметра. Характер кривых не изменился, но абсолютные значения коэффициента экранировки возросли.

Если из двух цилиндров, свойства которых были показаны на рисунках *а* и *в*, собрать экран, состоящий из двух коаксиальных цилиндров, то можно получить значительно больший коэффициент экранировки. Свойство такого экрана описывают кривые рис. 3, *д*. Если каждый из цилиндров в отдельности обладал коэффициентом экранировки соответственно 90 и 190, то экран из таких цилиндров имеет коэффициент экранировки, равный 5000.

В некоторых случаях по конструктивным соображениям оказывается целесообразным делать составные экраны. В месте сочленения экранирующее свойство составного экрана ухудшается. Падение коэффициента экранировки зависит от характера сочленения. В случае торцового стыка, показанного на рис. 4 (внизу), при котором сочленяющиеся цилиндры касаются друг друга только по торцу, коэффициент экранировки в месте стыка резко уменьшается. Плотное соединение по торцу в данном случае осуществлено при помощи стягивающей гайки из немагнитного матери-

ала (латунь). Если гайка изготовлена из пермаллоя, коэффициент экранировки в месте стыка несколько возрастает (рис. 4).

Сочленение «внахлестку» позволяет улучшить экранировку в месте стыка. На рис. 5 внизу изображены цилиндры, сочлененные «внахлестку» (*2*) и показана соответствующая кривая для коэффициента экранировки. Для сравнения здесь же представлено сочленение тех же самых цилиндров

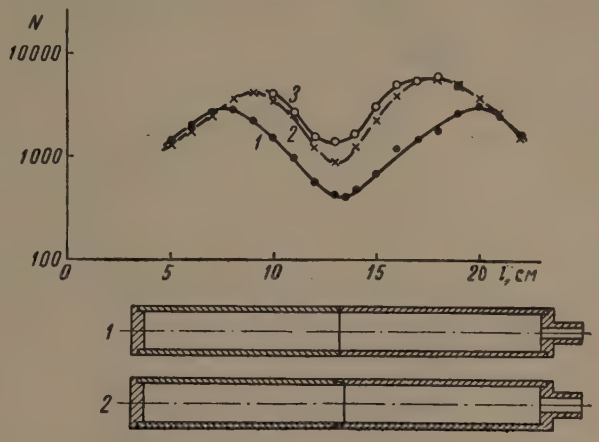


Рис. 5. Кривые распределения коэффициента экранировки для сочленения экранов «встык» и «внахлестку»: $L = 202$, $d=40$, $t = 2{,}5$; *1* —торцовый стык, механическая обработка после отжига, *2* — стык «внахлестку», обработка после отжига, *3* — стык «внахлестку» после вторичного отжига

«встык» (*1*). Экранирующие свойства при сочленении «внахлестку» оказались более высокими. Последующий вторичный отжиг, снявший напряжение в месте расточки цилиндров, еще в большей мере повысил коэффициент экранировки (кривая *3* рис. 5). Аналогичным образом изменяется характер кривой распределения коэффициента экранировки в конце цилиндра при установке крышки «встык» и «внахлестку» (кривые *1* и *2* рис. 6, а также соответствующие им рисунки внизу).

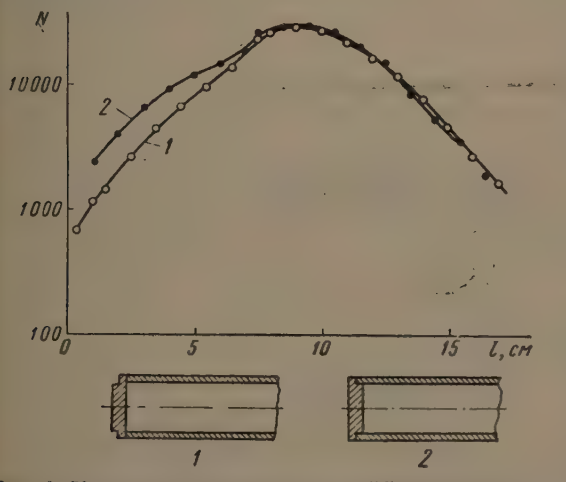


Рис. 6. Кривые распределения коэффициента экранировки (крышка на конце цилиндра поставлена «встык» (*1*) и «внахлестку» (*2*)); $L = 202$, $d = 40$, $t = 2{,}5$

В случае массивных экранов с большим перекрытием можно избежать провала кривой распределения коэффициента экранировки в месте стыка. На рис. 7 изображен такой экран и полученная для него кривая коэффициента экранировки. В ряде случаев при конструировании экранов для электронного микроскопа приходится считаться с необходимостью наблюдения оператором промежуточного изображения на флюоресцирующем экране, расположенном внутри экранированного пространства. Возможный вариант экрана для этого случая приведен на рис. 9. Естественно, что характер распределения коэффициента экранировки существенно зависит от геометрии экрана.

На рис. 8, *а* представлено семейство кривых для коэффициента экранировки экрана, состоящего из двух цилиндров, размеры и взаимное расположение которых показаны в нижней части того же рисунка. Параметром кривых является величина δ (перекрытие). Аналогичные кривые получены также и для случая, когда цилиндры не перекрываются, а, наобо-

рот, отстоят друг от друга на некотором расстоянии δ (рис. 8, *б*). Естественно, что коэффициент экранировки в этом случае падает в большей мере, чем в предыдущем.

До сих пор говорилось об экранах, которые после изготовления можно было отжечь. Однако на практике встречаются такие экраны, которые органически связаны с колонной электронного микроскопа, так что после

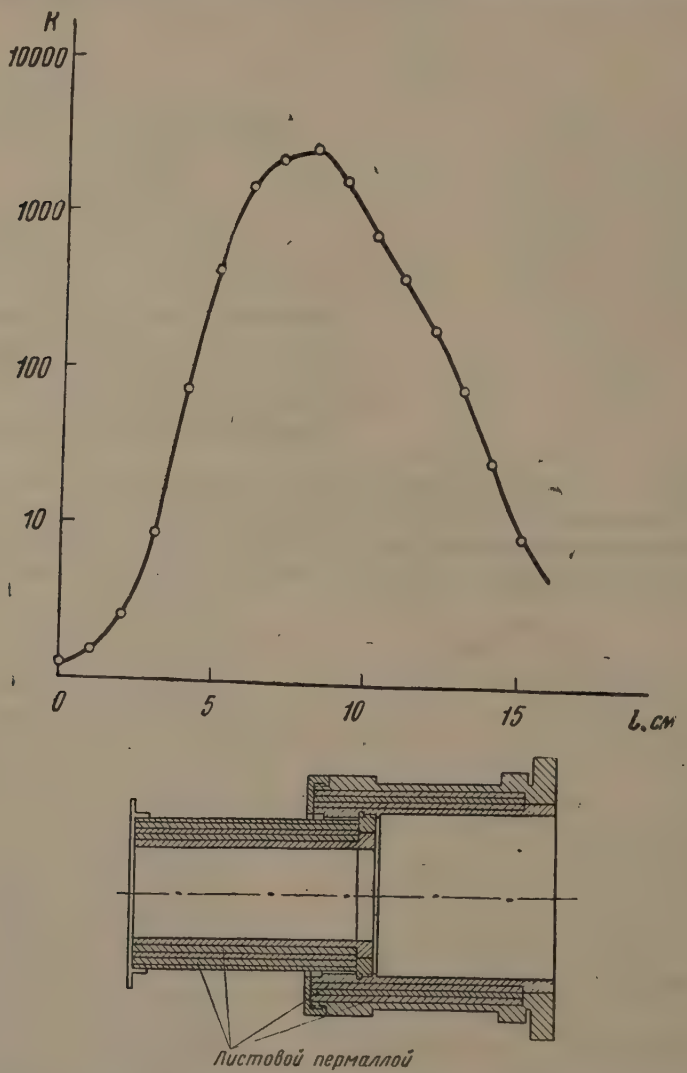
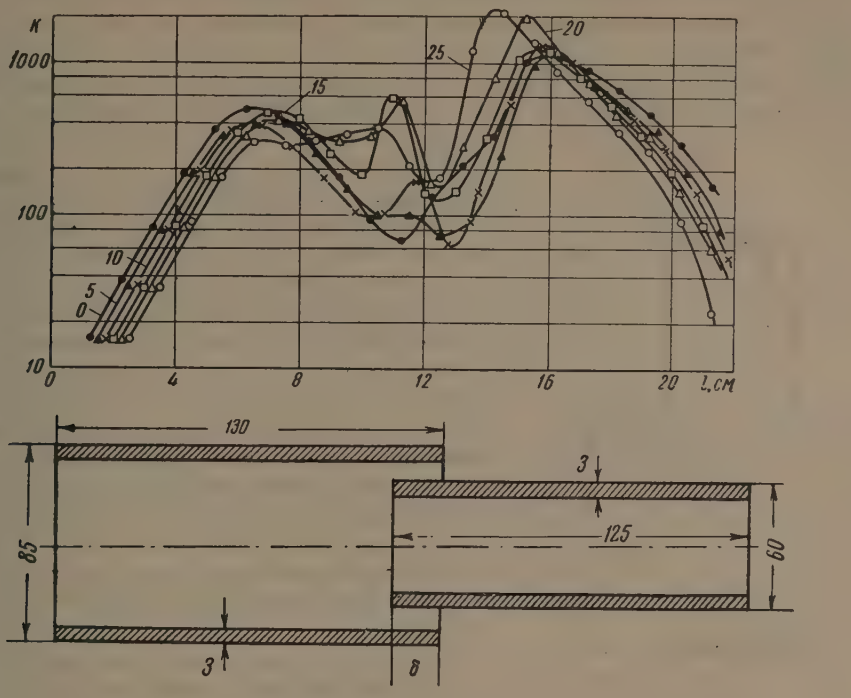
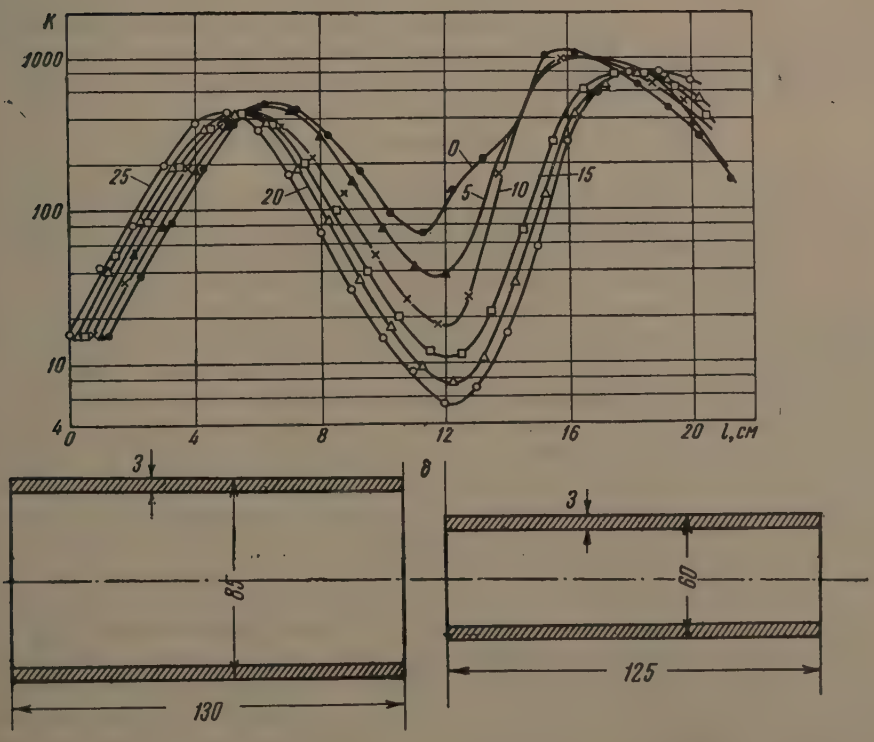


Рис. 7. Кривая распределения коэффициента экранировки вдоль оси для составного экрана объективной линзы: $H_0 = 2{,}26 \cdot 10^{-2}$ Oe, $N_{max} = 2700$

их изготовления отжиг невозможен. В этом случае приходится применять для изготовления таких экранов предварительно отожженный пермаллой. Если в процессе изготовления экрана (например, намотка ленточного пермаллоя) имеют место деформации, экранирующие свойства экрана могут существенно снизиться. Как показали соответствующие исследования, иногда все же можно почти сохранить величину коэффициента экранировки и в этом случае. Так, например, если перемотать отожженный экран из ленточного пермаллоя «наизнанку», причем при перемотке добиваться плотного прилегания слоев («внатяг»), то коэффициент экранировки падает с 20000 до 200. Если же сделать неплотную намотку, можно



а



б

Рис. 8. Кривые распределения коэффициента экранировки вдоль оси двух коаксиальных цилиндров в зависимости: *а*—от перекрытия δ, *б* — от расстояния δ. У кривых указаны δ в мм

сохранить коэффициент экранировки почти неизменным (400 до перемотки и 320 — после).

Измерение постоянных магнитных полей тех же экранов производилось с помощью измерительного генератора. Принцип действия генератора состоит в том, что в измеряемое магнитное поле вносится вращающаяся катушка, в которой наводится электродвижущая сила, пропорциональная измеряемому полю. Э. д. с. катушки замеряется чувствительным гальванометром и по ней определяется искомая величина поля. Чувствительность всей установки составляла $3{,}6 \cdot 10^{-4}$ Gs мм$^{-1}$. Перед измерением экраны намагничивались сильным внешним полем. Оказалось, что в неотожженных цилиндрических экранах из так называемого болваночного пермаллоя поле достигает 1 Oe. После отжига оно снижается до 10^{-2}—10^{-3} Oe.

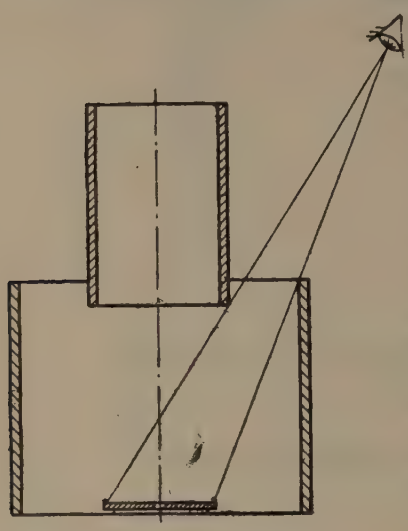


Рис. 9. Схема конструкции экрана

Если после отжига экран подвергался механической обработке, например протачивался на станке, постоянное поле возрастало примерно в три раза.

В отожженных цилиндрических экранах из ленточного пермаллоя величину остаточной индукции после намагничивания экрана обнаружить не удалось.

В заключение укажем, что в переменном магнитном поле напряженностью 40 Oe экраны можно полностью размагнитить.

Заключение

В колонне микроскопа, обладающего высокой разрешающей способностью, не допускаются паразитные поля выше 10^{-6} Oe.

Результаты проведенных исследований показали, что вблизи колонны электронного микроскопа существуют переменные поля порядка 10^{-3} Oe.

При помощи экранов из болваночного и, в особенности, из ленточного пермаллоя можно снизить поле внутри колонны до необходимого значения. Наилучшие результаты получаются в том случае, когда экраны после их изготовления подвергаются отжигу в вакуумной печи. Конструкцию экранов в известных пределах можно варьировать. Однако при этом следует иметь в виду, что сочленение экранов «внахлестку» и, тем более, «встык» заметно ухудшает экранирующие свойства экранов. В некоторых случаях можно применять составные экраны, состоящие из нескольких цилиндров разного радиуса, расположенных один вслед за другим вдоль оси. При достаточном перекрытии цилиндров можно получить изменение коэффициента экранировки в пределах 100—1000.

Для достижения очень высоких коэффициентов экранировки целесообразно применять экраны, состоящие из нескольких коаксиальных цилиндров. В случае особой необходимости экраны можно не отжигать, изготовляя их из предварительно отожженного ленточного пермаллоя. При неплотной намотке ленты получается значительный коэффициент экранировки.

Постоянные магнитные поля, существующие в отожженных экранах за счет остаточной намагниченности, невелики.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Ю. В. ЧЕНЦОВ, В. Н. ВЕРЦНЕР и Г. А. БОГДАНОВСКИЙ

НЕКОТОРЫЕ КОНСТРУКТИВНЫЕ УЛУЧШЕНИЯ ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ЭМ-3

За последние годы нами разработан ряд сравнительно простых конструктивных изменений электронного микроскопа ЭМ-3, повышающих его разрешающую способность и облегчающих эксплуатацию [1, 2]. Опыт работы на ЭМ-3 показал, что его осветительная система при достижении наибольших увеличений не всегда обеспечивает получение достаточно яркого конечного изображения. Для улучшения работы осветительной системы электронная пушка переведена на работу с отрицательным смещением. Для этого внутри высокочастотного накального трансформатора был пропущен третий провод, идущий к сопротивлению смещения ($R_{см}=100$ $M\Omega$), расположенному внутри шкафа микроскопа. Была подобрана новая геометрия электродов пушки (рис. 1). В результате диаметр кроссовера уменьшился до 20—25 μ, а максимальная плотность тока в нем возросла. Суммарная нагрузка на образец значительно снизилась, а яркость на экране стала вполне достаточной для работы во всем диапазоне увеличений ЭМ-3.

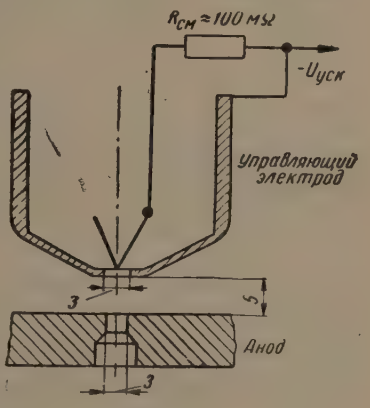


Рис. 1

Новая геометрия электродов пушки накладывает более жесткие требования на точность установки катода. По нашим данным, пушка работает хорошо, когда кончик нити находится на уровне верхней плоскости диафрагмы управляющего электрода (рис. 1). Для уточнения установки нити служат штатив и нутромер, устройство которых показано на рис. 2. Нутромером определяется расстояние h до диафрагмы управляющего электрода; затем это расстояние фиксируется при помощи винта *1* со стопорной гайкой *2*. Приварку нити можно заменить заклиниванием ее в трубочках держателя при помощи стержней, к которым обычно нить приваривается. Эти стержни легко извлекаются плоскогубцами.

В серийных образцах ЭМ-3 иногда возникают значительные трудности при выведении центра яркости освещающего пучка на ось объектива, что в основном вызывается неточностями механического изготовления оптических элементов микроскопа. Горизонтальное перемещение нити не всегда позволяет вывести пучок, так же как и подбор взаимного расположения диафрагм анода и цилиндра Венельта. Для центровки осветительной системы относительно объектива между конденсорной и объективной линзами нами установлено центрировочное приспособление, схематически показанное на рис. 3, которое дает возможность горизонтального перемещения осветителя относительно объектива и наклона его на небольшой угол относительно центра объекта. При помощи этого приспособления освещающий пучок может быть направлен по оси объектива.

Предельное разрешение серийного микроскопа ЭМ-3 в значительной мере ограничивается осевым астигматизмом полюсных наконечников

объектива. Проведенные нами испытания ряда полюсных наконечников объектива показали, что осевой астигматизм в первую очередь определяется эллиптичностью внутреннего канала наконечников. Измерения астигматизма по асимметрии полос Френеля на краю круглого отверстия показали, что астигматическая разность фокусов отдельных наконечников достигает нескольких микрон. Шлифовка пастой ГОИ при помощи конусных стеклянных притиров позволила в несколько раз снизить эллиптичность внутреннего канала при хорошем качестве поверхности. При использовании таких башмаков разрешение прибора заметно улучшается. Повышение качества обработки поверхности не улучшит разрешение, если материал полюсных наконечников имеет неоднородности в виде раковин или инородных включений. Замена железа «армко» однородным и мелкозернистым пермендюром дает поэтому лучшие результаты.

Хорошее качество изображения можно получить, применяя гильзовую конструкцию полюсных наконечников, изготовленных из пермендюра

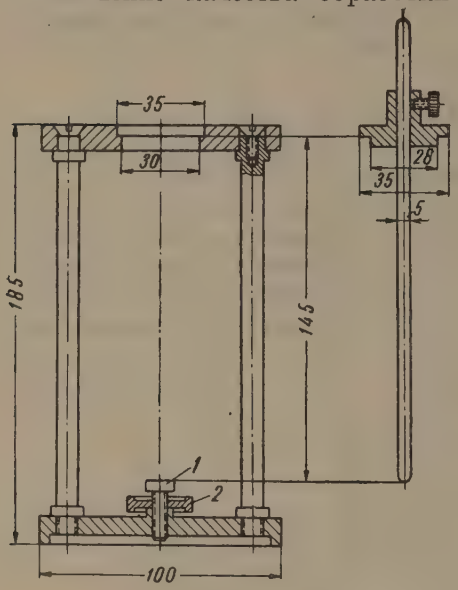


Рис. 2

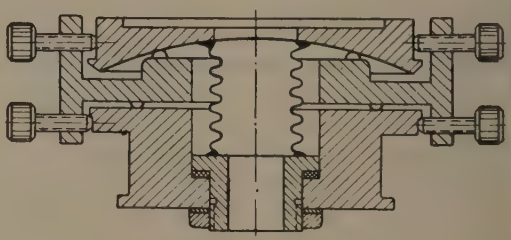


Рис. 3

(рис. 4), так как подбором взаимного расположения элементов можно компенсировать неточности механического изготовления наконечников. При тщательном механическом изготовлении таких наконечников и шлифовке внутреннего канала и торцовых поверхностей можно понизить астигматическую разность фокусов до 1 μ и менее, что позволяет уверенно получать разрешение в 30 Å. Изготовление наконечников проекционной линзы из пермендюра позволяет повысить увеличение микроскопа более чем в 1,5 раза (с 16000 до 27000 при $U = 50$ kV). Повышенные требования к качеству обработки и материалу полюсных наконечников могут быть удовлетворены лишь в условиях заводского производства.

Возможности ЭМ-3 в области дифракционных исследований могут быть значительно расширены путем пополнения комплекта прибора дифракционной насадкой на отражение.

Намечаемая к выпуску насадка рассчитана на использование образцов размером 10×15 мм и толщиной от одного до нескольких миллиметров. Механизм насадки позволяет сообщать образцу все необходимые движения при работе на отражение.

При использовании ЭМ-3 для электронографических исследований полюсные наконечники проекционной линзы вынимаются, а сама линза выключается. Однако остаточное магнитное поле линзы вызывает искажение дифракционной картины. Для устранения искажений в гнездо проекционной линзы следует поместить магнитную защиту в виде полого стального цилиндра с толщиной стенок около 5 мм (рис. 5).

В микроскопе ЭМ-3 часто наблюдается подзарядка стекол фотокамеры за счет вторично-электронной эмиссии материала экрана. Это явление проявляется особенно сильно при большой яркости изображения и приво-

дит к искажению его масштаба. Для ликвидации подзарядки следует покрыть стекла с внутренней стороны полупроводящим прозрачным слоем окиси олова, что облегчает стекание зарядов. Вредную засветку экрана рассеянными электронами можно значительно уменьшить, поместив в нижнюю часть канала объективной линзы диафрагму ϕ 2 мм.

В результате исследования качества работы высоковольтного блока ЭМ-3 было обнаружено, что в цепи ускоряющего напряжения имеется заметная наводка переменного тока с частотой 50 Hz. Наводка возникает из-за наличия емкости между обмотками повышающего трансформатора. Увеличение емкости блокировочного конденсатора C_{27} до величины порядка 5—10 μF снижает амплитуду наводки примерно на порядок. При этом улучшается качество изображения за счет снижения хроматической аберрации объектива.

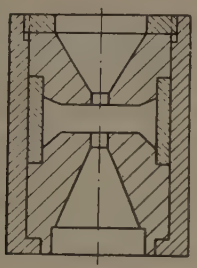


Рис. 4

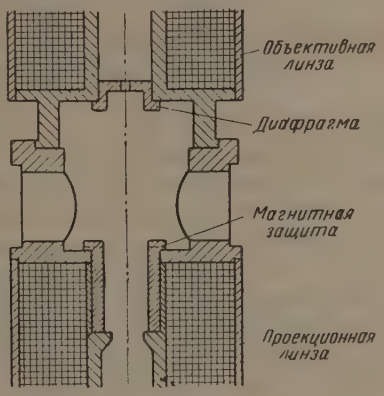


Рис. 5

Хроматическая аберрация снижается также благодаря соответствующему включению объективной и проекционной линз. Направления токов в обмотках этих линз должны быть такими, чтобы при изменении токов в линзах в одну и ту же сторону (например, в сторону увеличения) поворот изображения на конечном экране происходил бы в противоположных направлениях.

Для наблюдения конечного изображения удобно использовать бинокулярный микроскоп БМ-51-2 с оптическим увеличением 9×. Применение этого микроскопа позволяет наблюдать изображение с увеличением порядка 200 000 раз, что представляет большие удобства при фокусировке изображения и контроле его качества. Следует отметить, что модернизация осветительной системы и введение центрировочного приспособления позволяют получать достаточную яркость изображения для работы на таких увеличениях. Бинокулярный микроскоп крепится на смотровое окно ЭМ-3 при помощи простого приспособления.

В ближайшее время промышленность предполагает начать выпуск комплекта узлов, предназначенных для подобной модернизации прибора.

Цитированная литература

1. Верцнер В. Н., Электронная микроскопия и новые методы исследования микроструктур. Сб. «Вопросы микроскопии», стр. 117—156.— Машгиз, 1956.
2. Верцнер В. Н., Изв. АН СССР. Сер. физ., 20, 834 (1956).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. В. ДРУЖИНИН и Б. Н. ПОПОВ

ВЫСОКОВАКУУМНЫЙ ЭЛЕКТРОННЫЙ МИКРОСКОП ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ КАТОДОВ

Для исследования термокатодов нами был разработан эмиссионный микроскоп с вакуумом в колонне $2—5 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. [1]. Основными конструктивными его особенностями являются уплотнения на металлических прокладках, внешнее фотографирование и специальные приспособления для измерения токов в плоскости изображения. В описываемой конструкции микроскопа введено окно для быстрой смены катода, изменена вакуумная система, введен титановый геттерный насос, сделаны приспособления для изучения микропроцессов химического отравления и ионной бомбардировки катода газами.

В настоящей статье дано краткое описание новой конструкции микроскопа и методики, применяемой при исследовании катодов.

Конструкция микроскопа

Электронооптическая система и исследуемый катод *4* (рис. 1) находятся внутри вакуумноплотного корпуса. Корпус изготовлен из стальной трубы с многочисленными фланцами и отростками, приваренными атомноводородной сваркой или электросваркой. Все применяемые вакуумноплотные соединения металлов, стекол, сильфонов осуществляются способами, принятыми в электровакуумной промышленности. Разборные соединения осуществляются уплотнениями канавочно-клинового и конусного профиля с медными прокладками. Электронооптическая система состоит из иммерсионной линзы *7—8* и проекционной линзы *9*, представляющей комбинацию двух одиночных электростатических линз. Линзы рассчитаны на рабочее напряжение 30 kV.

Катод монтируется на сменной керамической оправке *3*. Смена катода осуществляется через окно *6*, которое используется и для пирометрирования. Через шесть молибденовых вводов *1*, впаянных в стеклянный изолятор *2*, подается накал катода и выводятся контакты термопары. Большой объем катодной области микроскопа и наличие большого числа вводов позволяет создавать различные экспериментальные схемы, например с использованием распылителей активных веществ и т. д.

Электронное изображение создается на люминесцентном экране *11*. Изображение фотографируется снаружи через окно *10* и зеркало *14*. Для визуального наблюдения служит наклонное окно, не показанное на рисунке. В центре экрана имеется маленькое отверстие, за которым расположен цилиндр — коллектор электронов *13*, соединенный с электрометрическим усилителем. Коллектор окружен охранным электродом *12*, входное отверстие которого центрируется с отверстием в экране. Между коллектором и охранным электродом, с одной стороны, и экраном — с другой, может быть приложена разность потенциалов в несколько сот вольт. Необходимость этого условия для правильных измерений токов будет показана ниже. Таким образом, одновременно с визуальным наблюдением за изображением измеряется ток с малого участка катода, находящегося в центре рассматриваемой области. Перемещая катод в горизонтальной

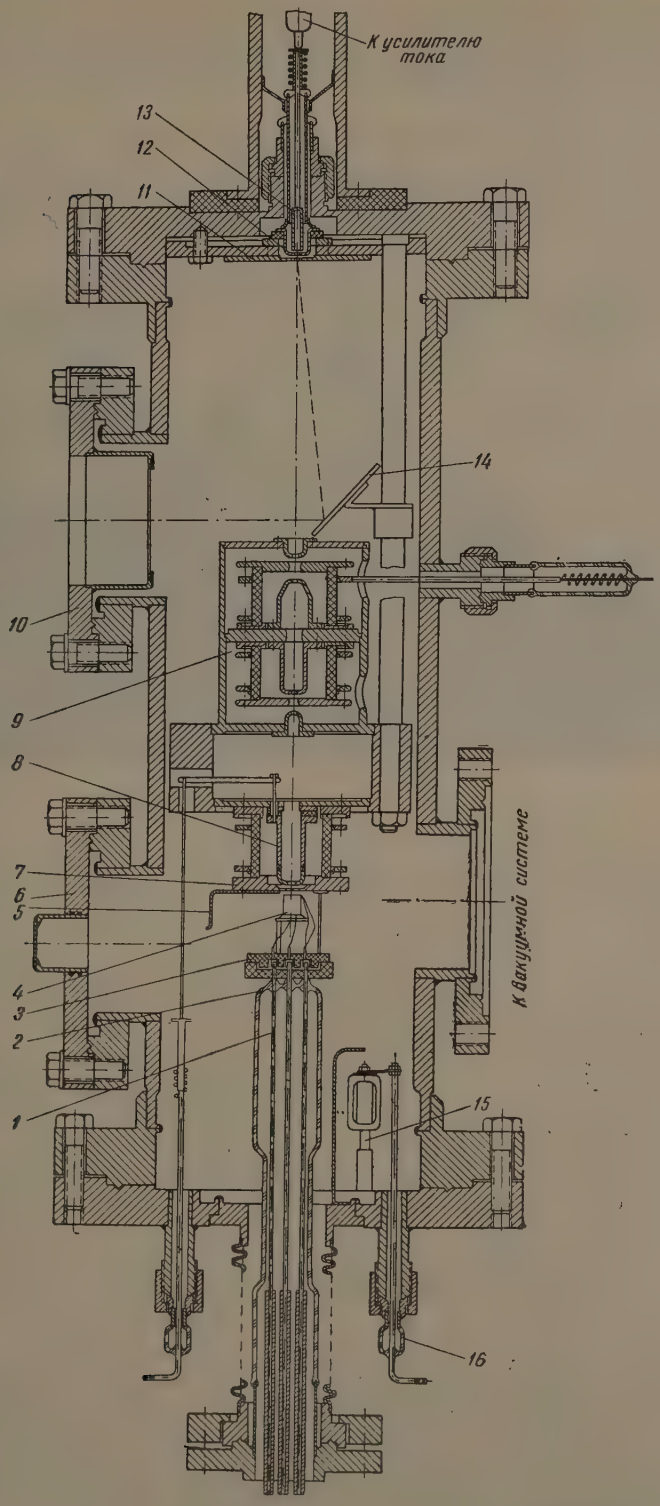


Рис. 1. Схематический чертеж микроскопа

плоскости, можно изменять распределение токов по его поверхности. Фокусирование изображения осуществляется вертикальным перемещением катода, точная фокусировка — плавным изменением потенциала фокусирующего электрода *7*.

В ходе изучения локальной эмиссии катода весьма важными являются измерение температуры катода термопарами, измерение общего тока с катода и ряд подобных измерений, при которых измерительная аппаратура оказывается при потенциалах, близких или равных потенциалу катода.

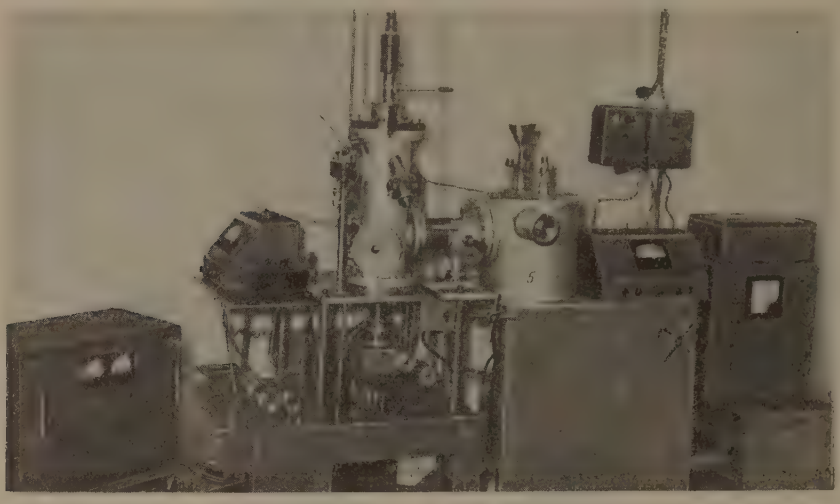


Рис. 2. Внешний вид установки

Так как катод находится под высоким потенциалом относительно корпуса, то всю аппаратуру и приборы «катодных измерений» необходимо тщательно изолировать. Указанные приборы (рис. 2) размещены в изолированных блоках *2* и *3*. Ввиду необходимости удобного отсчета показаний приборов и шкал механизма перемещения катода пришлось отказаться от традиционного расположения катода в верхней части корпуса микроскопа и применить обратное расположение.

Низковольтная часть электросхемы и схема активирования катода смонтирована в подвижном блоке *1*. Вакуумная система собрана в стенде *6*. Основными частями ее являются масляный диффузионный насос Н-5 и ловушка *5* с большой пропускной способностью, охлаждаемая жидким азотом. В ловушке смонтирован высоковакуумный сильфонный кран, предохраняющий вакуумную систему от напуска воздуха при смене катода. Форвакуумный бачок емкостью 25 л позволяет длительное время работать с выключенным форвакуумным насосом. Форвакуумный насос и схема управления вакуумной системой смонтирована в отдельном блоке *7*.

Вакуум, получаемый в колонне микроскопа, составляет $2—5 \cdot 10^{-7}$ мм рт. ст. Для получения лучшего вакуума предполагается использовать титановый геттерный насос, описанный в статье [2]. Насос представляет собой титановый цилиндр, распыляемый вольфрамовым нагревателем. Для подводки тока к нагревателю имеются разъемные электрические вводы *16*, рассчитанные на пропускание большого тока. Для предохранения высоковольтного изолятора *2* от запыления насос окружен молибденовым экраном.

В связи со значительными промышленными вибрациями помещения, где установлен микроскоп, приняты меры по амортизации установки. Каркас микроскопа *4* (рис. 2) жестко скреплен с вакуумной системой *6* и установлен на две швеллерные балки, которые подвешиваются на четырех

коротких пружинах (устройство подвеса не видно на фотографии). Такая «плавающая» конструкция позволяет полностью устранить вибрацию прибора.

Методика исследования катодов

В плоскости изображения электронного микроскопа создается увеличенное электроннооптическое изображение распределения электронных токов вблизи поверхности катода. Интерпретация электронных изображений в случае неровных поверхностей связана со значительными трудностями. Например, для оксидных катодов показано [3], что истинные активные центры катода невозможно отличить от эффектов, вносимых микролинзами. В случае гладких катодов (например, для импрегнированного катода) удается однозначно совместить поверхность катода с плоскостью предмета электроннооптической системы и, тем самым, получить истинное изображение распределения токов по поверхности катода.

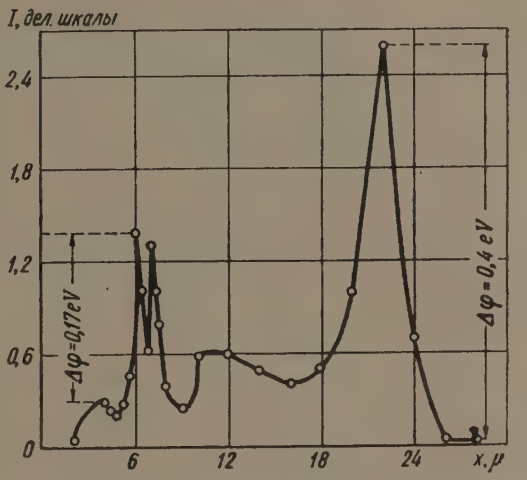


Рис. 3. Распределение токов по поверхности прессованного катода. Одно деление шкалы соответствует $2 \cdot 10^{-10}$ А. $T = 1140°$ К

Разрешение микроскопа определяется в основном неровностями поверхности, величиной и протяженностью контактных микрополей и хроматической аберрацией иммерсионного объектива. Для некоторых реальных типов термокатодов было получено разрешение в десятые доли микрона. Для специально приготовленных объектов, по литературным данным, можно получить разрешение до 0,05 μ. Подбирая такое увеличение микроскопа, чтобы разрешаемый элемент поверхности катода отображался на входное отверстие в экране, можно получить разрешение при измерении токов не ниже электроннооптического. При измерении токов необходимо учитывать, что измерительный прибор будет регистрировать не весь ток, испускаемый участком поверхности катода, а некоторую его часть, зависящую только от апертурного угла проекционной линзы и остающуюся неизменной при фиксированном увеличении. Так как чаще всего исследуется относительное изменение тока в зависимости от различных факторов, то эта особенность методики не вносит особых трудностей.

Отметим, что при измерении токов в электронном микроскопе необходимо принимать предосторожности от проникновения в коллектор рассеянных и главным образом медленных вторичных электронов, выбитых из люминофора. Охранный цилиндр, центрированный с входным отверстием экрана, значительно снижает фон посторонних электронов. Кривая задержки коллекторного тока указывает на отсутствие медленных электронов. Для предотвращения вторичной эмиссии с коллектора внутренняя поверхность его покрыта гексаборидом лантана.

Метод эмиссионной микроскопии с измерением токов в плоскости изображения позволяет исследовать неоднородность эмиссии термокатодов с разрешающей способностью, значительно превосходящей все другие известные методы. На фиг. 3 приведено распределение токов по поверхности прессованного катода на основе барий-кальциевого вольфрамата [4]. Распределение токов всегда соответствует изображению на люминесцент-

ном экране, что подтверждается снимками. Полагая коэффициент A в формуле Ричардсона постоянным, можно приближенно вычислить разность работ выхода участков поверхности. Для приведенного графика она составляет 0,2—0,4 eV. В электростатическом микроскопе возможно изучение вольт-амперных характеристик с малых участков катода, так как преломляющая сила электростатических линз при ускоряющих напряжениях до 40 kV практически не зависит от абсолютного значения потенциала. Меняя величину ускоряющего напряжения, можно, не изменяя электронооптического увеличения, изучать указанные зависимости. Эта методика позволяет определить, ограничен ли отбираемый ток пространственным зарядом, или он является током насыщения. Для отдельных пятен, с которых насыщен эмиссионный ток, возможно снятие кривых Ричардсона. При этих исследованиях необходимо учитывать тепловые смещения катода, изменение фокусировки вследствие изменения объемного заряда в прикатодной области и возможное неконтролируемое изменение концентрации активных веществ в исследуемой области.

Одновременно с измерением локальных токов измеряется общий ток с катода. Таким образом, непрерывно контролируется термоэлектронная активность катода и одновременно с локальными характеристиками изучаются зависимости токов, усредненных по поверхности.

При длительном активировании катода в промежуток катод — фокусирующий электрод вдвигается тонкая молибденовая диафрагма *5* (рис. 1), защищающая линзы от накопления активных веществ и служащая анодом при измерении токов.

Для изучения влияния газов на локальную термоэмиссию катодов к специальному патрубку в корпусе микроскопа подсоединяется система напуска газов, состоящая из вентильных натекателей. Существует принципиальная возможность значительного уменьшения ионной бомбардировки катода, позволяющая оценить влияние ионной бомбардировки по сравнению с воздействием нейтральных атомов газа. Для этой цели применен метод, предложенный для уменьшения ионной бомбардировки автоэлектронных катодов [5].

По этому способу вблизи поверхности катода создается потенциальный барьер для положительно заряженных ионов. Для создания такого «виртуального» анода на анодную диафрагму *8* иммерсионной линзы, укрепленную на изоляторе, подается положительный потенциал относительно корпуса. Виртуальный анод создается вблизи анодной диафрагмы. Ионы, образовавшиеся в промежутке катод — анодная диафрагма, будут по-прежнему бомбардировать катод. Ионы, образовавшиеся на остальном пути электронов, не смогут преодолеть потенциальный барьер виртуального анода, и, очевидно, ионная бомбардировка должна уменьшиться в отношении длин указанных промежутков, т. е. в описываемой конструкции более чем в 100 раз.

Цитированная литература

1. Попов Б. Н., Дружинин А. В., Радиотехника и электроника, **3**, 1084 (1958).
2. Дунаев А. С., Зусмановский С. А., Лебединский С. В., Мишкин А. Г., Подогревной титановый газопоглотитель. Электроника, *5*, 75 (1958).
3. Виноградов Д. П., Изв. АН СССР. Сер. физ., **20**, 1120 (1956).
4. Мельников А. И., Морозов А. В., Попов Б. Н., Маклаков А. А., Радиотехника и электроника, **3**, 322 (1958).
5. Елинсон Е. И., Горьков В. А., Васильев Г. Ф., Радиотехника и электроника, **2**, 204 (1957).

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

А. М. РОЗЕНФЕЛЬД и П. В. ЗАЙЦЕВ

НОВАЯ МОДЕЛЬ ЭМИССИОННОГО ЭЛЕКТРОННОГО МИКРОСКОПА ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ТЕРМО- И ВТОРИЧНЫХ ЭМИТТЕРОВ (ЭЭМ-50)

Существенным недостатком известных металлических конструкций эмиссионных микроскопов высокого разрешения является то, что вакуум, достигаемый в них ($2—5 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.), более чем на порядок хуже вакуума, соответствующего нормальному режиму работы большинства электронных эмиттеров, применяемых в электровакуумных приборах. Трудности достижения более высокого вакуума обусловлены прежде всего тем, что в современных эмиссионных микроскопах, отличающихся высоким разрешением и большими электронооптическими увеличениями, необходимо наличие ряда регулировочных и юстировочных механизмов, снабженных смазываемыми резиновыми уплотнениями. Использование металлических уплотнений вместо резиновых ведет к серьезному усложнению конструкции и значительному снижению надежности и точности работы указанных механизмов.

Однако главной причиной, принципиально препятствующей достижению достаточно высокого вакуума в эмиссионном микроскопе, является наличие внутри прибора фотоматериала (пластинок или фотопленки), необходимого для внутреннего фотографирования изображения. Отказ же от внутренней съемки практически делает невозможной реализацию той высокой разрешающей способности, которая обеспечивается высококачественной оптикой современных эмиссионных электронных микроскопов.

Таким образом, достижение достаточно высокого вакуума во всем внутреннем пространстве микроскопа путем непосредственного устранения причин, препятствующих получению такого вакуума, практически ведет к существенному ухудшению электронооптических и эксплуатационных свойств прибора. Между тем, совершенно ясно, что необходимость создания вакуумного режима, соответствующего нормальному режиму работы электронных эмиттеров, во всем внутреннем пространстве прибора отнюдь не является неизбежной. Очевидно, что такой режим достаточно создать только в пространстве, в котором непосредственно расположен исследуемый эмиттер, т. е. в камере объектов микроскопа. В остальном же пространстве разрежение может быть таким, как и в обычных микроскопах просвечивающего типа ($5—2 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.).

Следовательно, проблема исследования электронных эмиттеров в режиме, близком к их нормальному рабочему режиму, могла бы быть решена путем создания эмиссионного электронного микроскопа, камера объектов которого вакуумно изолирована от остального внутреннего пространства прибора. Такой микроскоп был разработан и изготовлен в нашей лаборатории. Ниже приводится краткое описание конструкции его основных узлов.

Новая модель эмиссионного электронного микроскопа, схема и внешний вид которого представлены на рис. 1 и 2, отличается от ранее разработанного микроскопа ЭЭМ-75 [1] тем, что в новой модели коренным образом изменена конструкция иммерсионного объектива (первая ступень увеличения) и вакуумной системы.

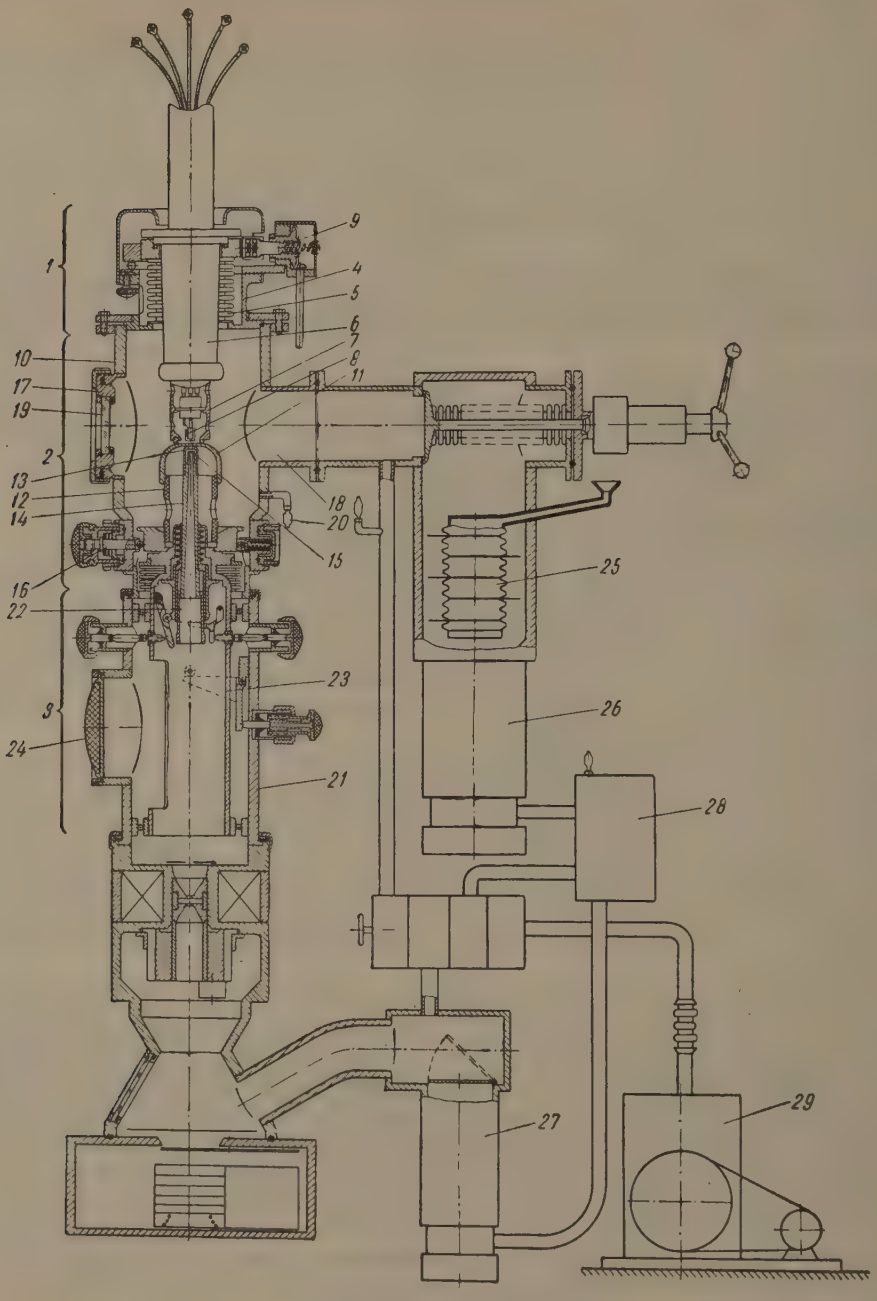


Рис. 1. Продольный схематический разрез микроскопа ЭЭМ-50

Конструктивно иммерсионный объектив состоит из катодной части *1*, камеры объектов *2* и объективного тубуса *3*.

Катодная часть содержит корпус *4*, сильфон *5*, высоковольтный изолятор *6*, на котором закрепляется держатель *7* катода *8* (исследуемый эмиттер), и механизм перемещения *9* катода в плоскости, перпендикулярной оси прибора.

Камера объектов представляет собой цилиндрический корпус *10*, внутри которого, помимо элементов катодной части, расположены: фокусирующий электрод *11*, закрепленный на изоляторе *12*, анод *13*, навинченный на держатель *14* диафрагмы *15*, и некоторые элементы механизма *16*, служащего

для перемещения фокусирующего электрода в плоскости, перпендикулярной к оси прибора (юстировка объектива). В корпусе камеры объектов предусмотрен люк, закрываемый крышкой *17*, через который можно производить смену электродов иммерсионного объектива, и откачной патрубок *18*, посредством которого камера объектов соединяется с выходным патрубком откачной системы. В крышке *17* имеется окно *19*, через которое можно наблюдать за состоянием и положением исследуемого эмиттера.

Все элементы, расположенные внутри камеры объектов, изготовлены с максимально возможным учетом требований вакуумной гигиены, а для уплотнения деталей и узлов, непосредственно примыкающих к камере объектов, использованы только несмазываемые уплотнения (металлические и из фторопласта). Разрежение в камере объектов измеряется ионизационным манометром, датчик которого *20* расположен в непосредственной близости к исследуемому эмиттеру.

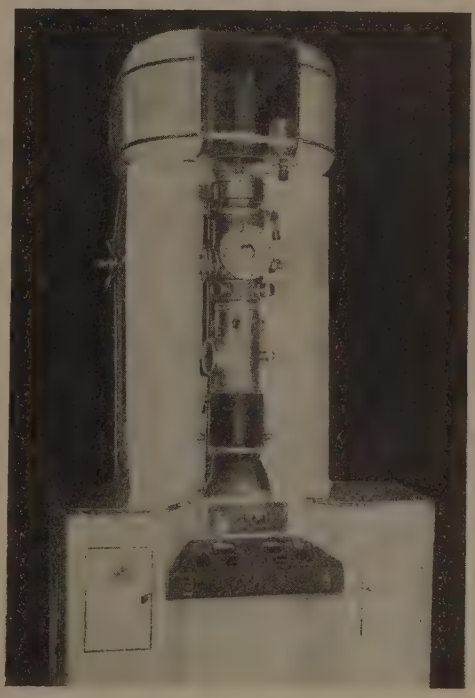


Рис. 2. Общий вид микроскопа

Объективный тубус представляет собой корпус *21*, в котором размещены механизм *22*, обеспечивающий перемещение диафрагмы *15* как вдоль оси прибора, так и в плоскости, перпендикулярной к этой оси (юстировка диафрагмы), и механизм *23*, служащий для перемещения электродов объектива вдоль оси микроскопа (механическая фокусировка изображения). В корпусе тубуса предусмотрен люк, закрываемый крышкой *24* и служащий для смены держателя *14* диафрагмы *15*.

Внутреннее пространство камеры объектов практически вакуумно изолировано от остального внутреннего пространства микроскопа. Указанные пространства соединены между собой посредством одного единственного отверстия, проделанного в диафрагме *15* и служащего для прохождения электронного пучка. Если это отверстие достаточно мало, то диафрагма, как известно, еще и способствует повышению разрешающей способности объектива.

Вакуумная система микроскопа ЭЭМ-50 обеспечивает раздельную независимую откачку камеры объектов и остального внутреннего пространства прибора. При этом камера объектов откачивается через охлаждаемую жидким азотом ловушку *25* мощным масляным диффузионным насосом *26* (марки Н-5), а остальная часть микроскопа — насосом *27* (марки ММ-40А). Оба насоса откачиваются через общий форвакуумный баллон *28* одним единственным форвакуумным насосом *29* (марки ВН-461М).

При использовании диафрагмы *15*, диаметр отверстия которой равен примерно 0,1 мм, описанная вакуумная система обеспечивает в камере объектов вакуум, достигающий примерно через 8 час. после начала откачки $1 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. при вакууме в остальной части прибора порядка $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст.

Следует упомянуть еще об одном существенном различии между микроскопом ЭЭМ-75 и описываемой моделью. Речь идет о том, что ускоряющее напряжение в последней снижено до 50 kV (вместо 75 kV у ЭЭМ-75). Это обусловлено тем, что, как показали специально проведенные исследова-

ния [2], в эмиссионных микроскопах нецелесообразно пользоваться ускоряющими напряжениями, превышающими 50 kV, поскольку более высокие напряжения, не способствуя улучшению электронооптических параметров, существенно понижают надежность работы и ухудшают эксплуатационные свойства прибора.

Остальные параметры микроскопа ЭЭМ-50 (разрешающая способность, электронооптическое увеличение и т. д.) так же, как и конструкция остальных его узлов (проекционная линза, фотокамера, питающее устройство и вспомогательные узлы), ничем существенным не отличаются от соответствующих параметров и узлов микроскопа ЭЭМ-75.

Цитированная литература

1. Электронная микроскопия. Под ред. А. А. Лебедева.— Госиздат. технико-теорет. лит-ры, М., 1954.
2. Розенфельд А. М., Диссертация.— Москва, 1955.

ИЗВЕСТИЯ АКАДЕМИИ НАУК СССР

Т. XXIII, № 4 СЕРИЯ ФИЗИЧЕСКАЯ 1959

Н. П. ЛЕВКИН и Ю. М. КУШНИР

НОВАЯ МОДЕЛЬ УНИВЕРСАЛЬНОГО ЭЛЕКТРОНОГРАФА НА 100 kV С БРОНИРОВАННЫМ ВВОДОМ (ЭГ-100А)

Основные параметры электронографа]

Универсальный вертикальный электронограф ЭГ-100А предназначен для исследования твердых и газообразных тел методом электронной дифракции.

Разрешающая способность электронографа, как известно, определяется формулой *

$$\left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{h,k,l} = -\frac{dR}{R} = \frac{Cad_{h,k,l}}{L\lambda}, \qquad (1)$$

где R — радиус дифракционного кольца, $d_{h,k,l}$ — постоянная решетки образца, соответствующая данному R; λ — длина де-бройлевской волны

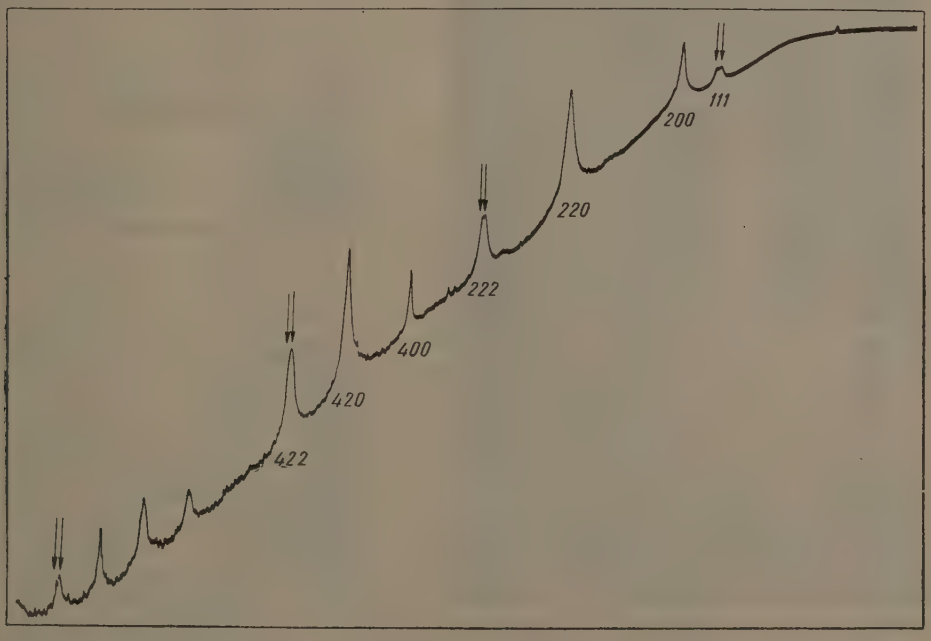


Рис. 1. Микрофотограмма некоторых мультиплетов электронограммы MgO

электрона, a — радиус дифракционного пятна на экране, L — расстояние от образца до экрана, C — некоторое число, значение которого зависит от значений a и dR.

В нашем приборе в отсутствие объекта и при работе двойного конденсора $a = 0{,}04$ мм, $\lambda = 0{,}041$ Å (при ускоряющем напряжении $U = 80$ kV). Отсюда разрешающая способность прибора равна 1/1000 при $L = 700$ мм и $d_{h,k,l} = 0{,}5$ Å и 4/10000 при $L = 150$ мм и $d_{h,k,l} = 0{,}2$ Å.

* Для первого дифракционного кольца.

Для иллюстрации разрешения сложной структуры линий от поликристалла на рис. 1 приведена микрофотограмма некоторых мультиплетов электронограммы MgO, полученной при помощи ЭГ-100 А.

Описание прибора

Общий вид электронографа ЭГ-100 А приведен на рис. 2, его осветительная система — на рис. 3. Осветительная система состоит из электронной пушки и двух фокусирующих магнитных линз с полюсными наконечниками. Электронная пушка имеет бронированный ввод, выполненный из проходного фарфорового изолятора особой конструкции и бронированного трехжильного кабеля на 100 kV.

Первая фокусирующая линза представляет собой панцирную линзу. На башмаке линзы жестко крепится анод пушки. Полюсный наконечник вставляется в линзу сверху. Вторая фокусирующая линза в конструк-

Рис. 2. Общий вид электронографа ЭГ-100 А

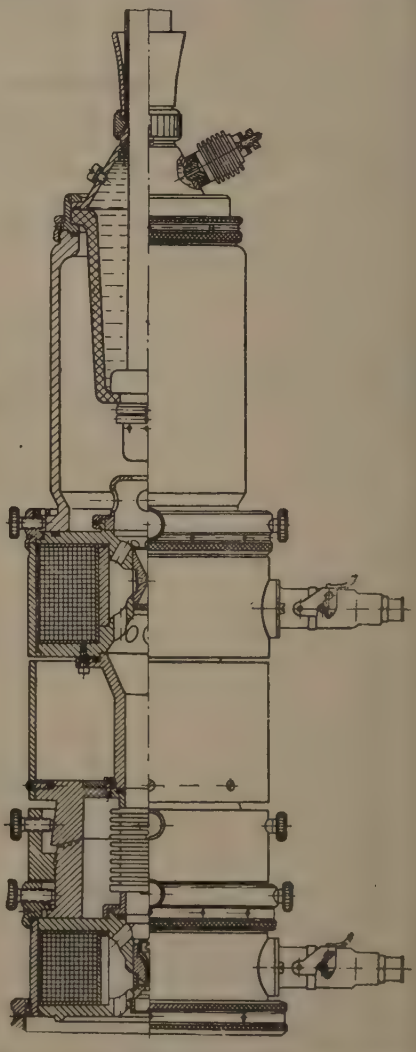


Рис. 3. Осветительная система электронографа

тивном отношении ничем не отличается от первой. Однако ее размеры и электрические параметры иные. Она укрепляется на верхней части камеры объектов. Ввод и крепление полюсного наконечника линзы осуществляется через окна в камере объектов. Для юстировки осветительной системы предусмотрено перемещение пушки и первой линзы относительно второй линзы в плоскости, перпендикулярной к оптической оси, и наклон первой линзы вместе с пушкой относительно второй линзы и объекта, расположенного в первой (верхней) камере объектов. Вакуумное сочле-

нение второй линзы и верхней части осветительной системы производится при помощи сильфона.

Первая (малая) камера объектов представляет собой стальной цилиндр высотой 200 мм. Нижняя часть камеры крепится ко второй камере объектов. Первая камера имеет четыре патрубка, оси которых расположены перпендикулярно друг к другу и к оси колонны. Точка пересечения осей патрубков является точкой расположения центра объекта в малой камере.

Патрубок, обращенный к оператору, служит смотровым окном. В правом патрубке размещается кристаллодержатель, в левом — заглушка с выводными контактами для питания различных нагревательных элемен-

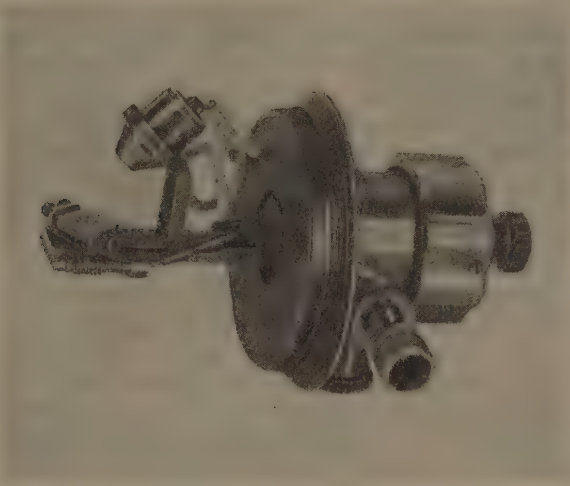


Рис. 4. Общий вид кристаллодержателя

тов и измерения температуры. Левый патрубок является также люком для смены и ввода объектов, наконец, четвертый, задний — служит заглушкой и содержит ввод для подсветки, нагрева объекта и испарителя.

Вторая (большая) камера объектов представляет собой полый стальной цилиндр высотой 400 мм. Эта камера имеет три патрубка (задний патрубок отсутствует). Объект, введенный в малую или большую камеру, располагают на расстоянии 700 или 350 мм от экрана соответственно. Все патрубки обеих камер сконструированы таким образом, что перестановка всех приспособлений из одного патрубка в другой осуществляется совершенно свободно при полной их взаимозаменяемости.

Механизм кристаллодержателя обеспечивает перемещение объекта в горизонтальной плоскости, наклон его по отношению к падающему пучку электронов и, наконец, вращение объекта вокруг оптической оси электронографа (азимутальное вращение). Имеется возможность не только наклонять объект, предназначенный для исследования в проходящих лучах, но и при исследовании на отражение повернуть весь держатель с объектом на 90° как вправо, так и влево. Кристаллодержатель может быть вставлен в любую из трех камер объектов.

Общий вид кристаллодержателя с электронной пушкой для снятия заряда изображен на рис. 4.

Вторая камера объектов опирается на проекционный тубус (третью камеру объектов) и скрепляется с ним посредством фланцев и винтов. Проекционный тубус имеет четыре патрубка: патрубок смотрового окна; патрубок, соединенный с вакуумной системой, и два боковых патрубка, которые могут быть использованы как для держателя объекта, так и для смотрового окна.

Фотокамера электронографа ЭГ-100 А состоит из двух узлов: корпуса со шторным затвором и фотомагазина на шесть кассет. Действие штор-

ного затвора осуществляется системой спиральных пружин и рычагов. Фотомагазин — это коробка, состоящая из двух отсеков, в которых размещены шесть кассет с фотопластинками. Один отсек содержит фотопластинки, приготовленные для экспонирования, второй — экспонированные пластинки. Смена фотомагазина в фотокамере осуществляется напуском воздуха в колонну. Все неэкспонированные пластинки располагаются в фотокамере не под экраном, а в стороне (во избежание действия рентгеновского излучения). В фотозатворе предусмотрена также равномерная длительность экспозиции по всей длине фотопластинки.

Вакуумная система ЭГ-100 А состоит из диффузионного масляного насоса Н-5 С, ловушки, главного клапана с механизмом переключения, клапанной коробки на форвакуумной линии, трубопровода и механического насоса предварительного разрежения ВН-2. Управление вакуумной системой производится кнопками, расположенными на передней стенке пульта управления. Предельная степень разрежения, достигаемого в электронографе после 5 мин. работы вакуумной системы, равна $4 \cdot 10^{-5}$ мм рт. ст.* После заполнения ловушки жидким азотом давление в системе падает до $4—7 \cdot 10^{-6}$ мм рт. ст. (т. е. на порядок); в районе электронной пушки остается равным $1 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст. Время, проходящее между впуском воздуха в колонну и его откачкой до давления $4 \cdot 10^{-4}$ мм рт. ст., равно 1—1,5 мин.

Электронная пушка для снятия зарядов с объектов с малой электропроводностью (пульверизатор) состоит из оксидного катода, управляющего электрода и анода.

Для напыления веществ в самом электронографе, в крышке фланца камеры объектов расположены гнезда, в которых размещены клеммы с цилиндрическим экраном, предотвращающим попадание распыляемого вещества на боковые и верхние участки камеры. Глубина расположения нити испарителя и расстояние между клеммами подобрано так, чтобы испаряемое вещество попадало на все пленки, находящиеся в держателе.

Для электронографа ЭГ-100А разработан нагреватель с применением электронной бомбардировки. Нагреватель представляет собой фарфоровый цилиндр, в котором с одной стороны размещен вольфрамовый катод в виде спирали, а с другой — анод в виде диска из нержавеющей стали, к которому крепится нагреваемый объект. Температура нагретого образца измеряется термопарой железо — константан.

Питающее устройство электронографа включает в себя источник накала катода, источник высокого напряжения, источник питания электромагнитных линз, источники питания для различных устройств, расположенных в камере объектов (электронного пульверизатора, печи нагрева объекта, освещения камеры) и ряд вспомогательных узлов, обеспечивающих питание мотора форвакуумного насоса, печи диффузионного насоса, индикатора вакуума, сигнализации и т. д.

Для накала катода был применен ток повышенной частоты (около 100 kHz), применение которого дает возможность использования трансформатора без железа и обеспечивает получение более стабильного электронного пучка.

Высоковольтное устройство обеспечивает электронограф ускоряющим напряжением ступенями 40, 60, 80 и 100 kV. Средняя нестабильность напряжения за 15 сек не превышает 0,03—0,06% при нестабильности напряжения в сети 1—2%. Кроме того, для выравнивания внешней вольтамперной характеристки высоковольтного выпрямителя имеется стабилизатор напряжения с отрицательной обратной связью, который позволяет удерживать постоянство напряжения с изменением тока нагрузки. В стабилизаторе напряжения используется электронный усилитель постоянного тока и магнитный усилитель.

---

* Все измерения давления проводились при помощи манометра ВК-1.

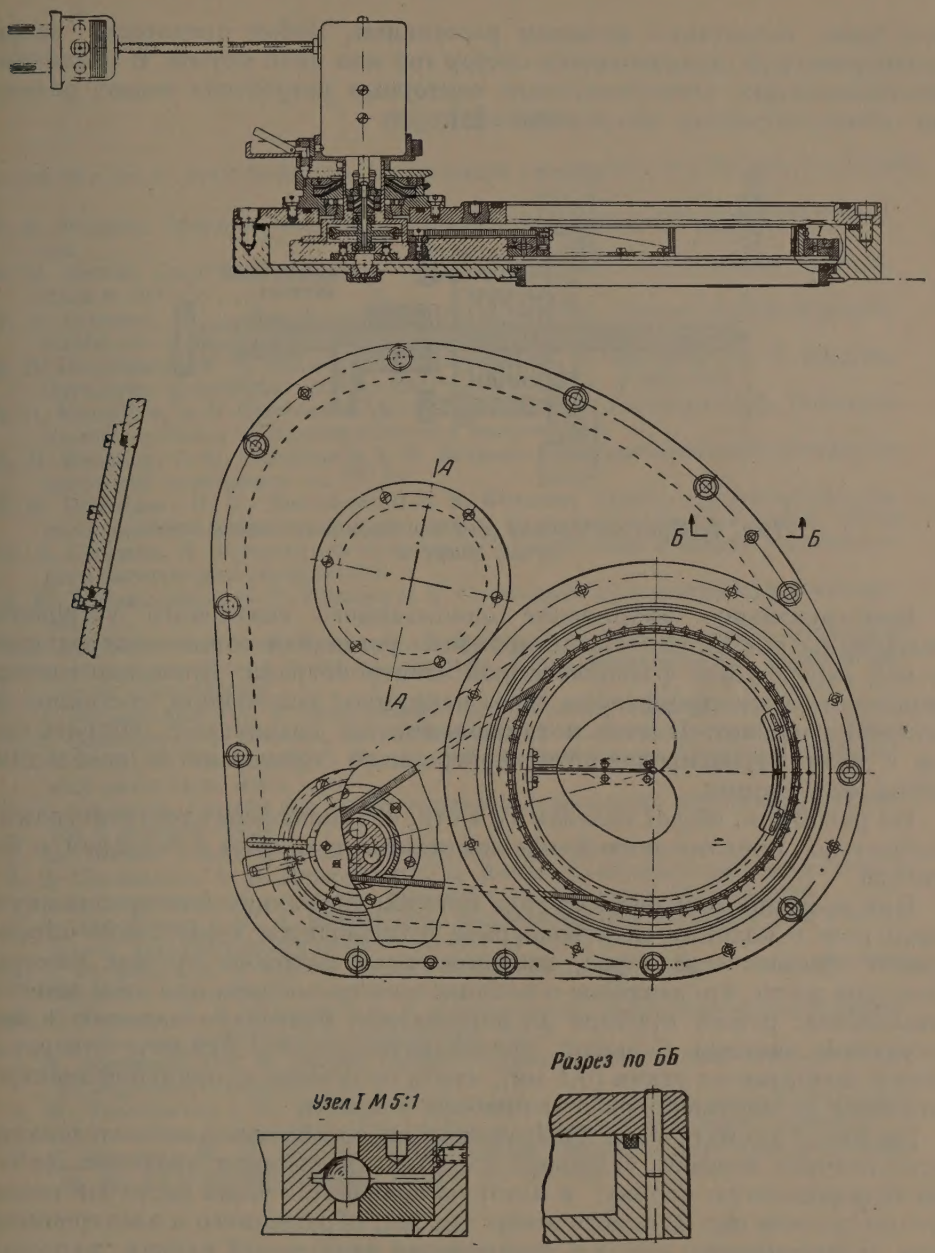


Рис. 5. Секторное устройство

Две линзы электронографа питаются выпрямленным и стабилизированным напряжением. Выпрямители для каждой линзы собраны на селеновых столбиках типа ТВС.

Электронная пушка для снятия зарядов с объекта обеспечивается выпрямителем с ускоряющим напряжением около 1000 V, при токе до 1 mA. Накал катода пушки осуществляется выпрямителем мощностью до 12 W. Печь нагрева объекта питается от выпрямителя и потребляет мощность около 200 W. Освещение камеры объектов обеспечивается миниатюрной лампочкой.

Как известно, при электронографическом исследовании структуры молекул апериодический фон атомного рассеяния накладывается на фон молекулярного рассеяния и подавляет его (особенно в центральной части, где фон атомного рассеяния круто нарастает). Для компенсации электрон-

ного фона, вызванного атомным рассеянием, Дебай предложил ввести в электронограф вращающийся сектор той или иной формы. В различных электронографах соответствующие секторные устройства имеют различные конструктивные оформления [2].

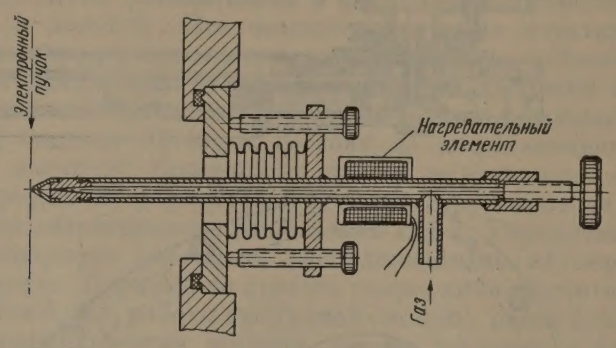


Рис. 7. Приспособление для исследования легко летучих веществ

Конструктивное оформление описываемого секторного устройства показано на рис. 5. Секторный механизм устанавливается непосредственно над экраном или фотопластинкой электронографа. Вращение сектора производится электромотором через вакуумное уплотнение, состоящее из резиновых манжет. В этом механизме имеется возможность убирать сектор с пути дифрагированного электронного пучка, когда необходима работа без сектора.

На рис. 6 (см. оборот вклейки IV к стр. 493) показаны электронограммы специально приготовленной пленки платины, снятые с сектором и без сектора.

При исследовании молекул газа методом дифракции электронов впуск струи газа в колонну электронографа производится через сопло определенной формы и размеров, вводимое через патрубок третьей камеры. Несмотря на то, что давление в колонне электронографа при этом заметно повышается, работа прибора не нарушается, благодаря наличию в нем вакуумной системы большой производительности. Диаметр отверстия в сопле подбирается таким (0,1 мм), чтобы получение нормальной электронограммы не нарушало работы прибора в целом.

На рис. 7 схематически изображено приспособление для исследования легко летучих веществ. Основной узел приспособления представляет собой металлическую трубку, в которую подводится через патрубок исследуемый газ или пар. С одного конца трубки, обращенного к электронному лучу, прикрепляется сопло и дозирующий игольчатый клапан, рукоятка управления которым выведена на другом конце трубки. Трубка впаяна в диск, который связан с фланцем через сильфон. Наклоны и перемещения сопла вместе с трубкой осуществляются тремя винтами, ввернутыми в диск и опирающимися на фланец.

Между диском и рукояткой управления игольчатым клапаном на трубке укреплен нагреватель, состоящий из нихромовой проволоки. Нагрев трубки, а вместе с тем и газа, находящегося в трубке, осуществляется до температуры 150°. На рис. 8 (см. оборот вклейки IV к стр. 493) приведены электронограммы паров CCl_4, полученные при применении сектора с радиусом, изменяющимся по закону r^3.

Цитированная литература

1. Пинскер З. Г., Дифракция электронов.— Изд. АН СССР, 1949.
2. Акишин П. А., Виноградов М. Н., Данилов К. Д., Мартинсон Е. Н., Левкин Н. П., Рамбиди Н. Г., Спиридонов В. П., ПТЭ, *2*, 70 (1958).

СОДЕРЖАНИЕ

МАТЕРИАЛЫ II ВСЕСОЮЗНОГО СОВЕЩАНИЯ ПО ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

В. Н. Верцнер. Основные тенденции в современном электронномикроскопостроении 426

Н. М. Попов. Электронный микроскоп-электронограф с ускоряющим напряжением в 400 kV 436

П. А. Стоянов, Г. А. Михайловский и В. В. Мосеев. Электронный микроскоп УЭМБ-100 с двухлинзовым конденсором 442

В. В. Поливанов, В. В. Ильин, А. В. Изъюров, Н. И. Пятаков и Р. В. Шумова. Питающее устройство электронного микроскопа УЭМБ-100 450

В. И. Милютин, Д. В. Фетисов, К. К. Расплетин, Ф. У. Спектор и Б. И. Почтарев. Малогабаритные электростатические микроскопы 454

А. Н. Кабанов, В. И. Милютин и Д. В. Фетисов. Электростатический анализатор скоростей электронов на 75 kV 459

Б. И. Почтарев, К. К. Расплетин и Д. В. Фетисов. Прибор для измерения разрешающей способности и светоотдачи флуоресцирующих экранов (ПРС) 462

П. А. Стоянов. К компенсации приосевого астигматизма в линзах многолинзового электронного микроскопа 467

Я. Ю. Комиссарчик, В. Н. Верцнер и Л. С. Гольдин. Упрощенный ультрамикротом 473

Г. А. Богдановский, В. В. Купревич, В. Н. Верцнер и И. В. Степанов. Светоэлектронный микроскоп с использованием монокристаллических экранов высокого разрешения 478

Г. О. Багдыкьянц и А. В. Шишацкий. Рентгеновский теневой микроскоп . . . 481

В. Н. Верцнер, М. Г. Иванов, В. В. Козелкин, Г. А. Богдановский, Ю. В. Воробьев, Ю. В. Ченцов, В. Е. Клюкин и В. А. Никифорова. Серийный электронный микроскоп ЭМ-5 485

И. Г. Стоянова. Камера для электронномикроскопического исследования объектов в газовой среде 490

Н. М. Попов. Высоковольтная электронная пушка 494

В. В. Поливанов, А. В. Изъюров и В. В. Ильин. Некоторые вопросы расчета и конструирования питающих устройств электронных микроскопов 501

Г. В. Дер-Шварц и К. А. Нетребенко. Вычислительная установка для расчета полей электронооптических систем 506

П. А. Стоянов и В. В. Мосеев. Защита электронных микроскопов от воздействия внешних магнитных полей 511

Ю. В. Ченцов, В. Н. Верцнер и Г. А. Богдановский. Некоторые конструктивные улучшения электронного микроскопа ЭМ-3. 519

А. В. Дружинин и Б. Н. Попов. Высоковакуумный электронный микроскоп для исследования катодов 522

А. М. Розенфельд и П. В. Зайцев. Новая модель эмиссионного электронного микроскопа для исследования термо- и вторичных эмиттеров (ЭЭМ-50) . . 527

Н. П. Левкин и Ю. М. Кушнир. Новая модель универсального электронографа на 100 kV с бронированным вводом (ЭГ-100 А) 531

Цена 12 руб.

ИЗДАТЕЛЬСТВО АКАДЕМИИ НАУК СССР

Контора «АКАДЕМКНИГА»

ИМЕЮТСЯ В ПРОДАЖЕ КНИГИ:

Джелепов Б. С. Влияние электрического поля атома на бета-распад. 1956. 28 р.

Джелепов Б. С. и Л. К. Пекер. Схемы распада радиоактивных ядер. 1958. 38 р.

Иоффе А. Ф. Физика и сельское хозяйство. (Научно-популярная серия «В помощь сельскому хозяйству»). 1955. 45 к.

Иоффе А. Ф. Термоэлектрические охлаждения. 1956. 3 р. 70 к.

Применение атомной энергии в мирных целях. (Научно-популярная серия). 1956. 3 р. 20 к.

Северный А. Б. Физика солнца. (Научно-популярная серия). 1956. 2 р. 40 к.

Франклин В. Опыты и наблюдения над электричеством. 1956. 10 р. 70 к.

Яблочков Павел Николаевич. Труды, документы и материалы. 1954. 29 р. 50 к.

Труды Физического института им. П. Н. Лебедева. Том VIII. 1956. 7 р. 86 к. Сборник статей, посвященных теоретическому рассмотрению радиотехнических схем, электрическим свойствам диэлектриков и полупроводников в магнитной гидродинамике.

Труды Физического института им. П. Н. Лебедева. Том IX. 1958. 17 р. 70 к. В томе опубликованы четыре кандидатские и одна докторская диссертации по проблемам молекулярной оптики и спектроскопии.

Труды Физического института им. П. Н. Лебедева. Том X. 1958. 176 стр. 8 р. 50 к Освещаются вопросы теории обтекания клина потоком газа со сверхзвуковой. скоростью, уравнения гидродинамики с учетом излучения, основы теории синхрофазотрона.

Книги продаются в магазинах «Академкнига»
Для получения книг почтой

заказы направлять в контору «Академкнига»

Москва, К—12, ул. Куйбышева, 8
Отдел «Книга—почтой»

или в ближайший магазин «Академкнига» по адресу: Москва, ул. Горького, 6 (магазин № 1); Москва, 1-й Академический проезд, 55/5 (магазин № 2); Ленинград, Литейный проспект, 57; Свердловск, ул. Белинского, 71-в; Киев, ул. Ленина, 42; Харьков, Горяиновский пер., 4/6; Алма-Ата, ул. Фурманова, 129; Ташкент, ул. К. Маркса, 29; Баку, ул. Джапаридзе, 13.